



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



Lorena Aires Lombardi Queiroz

**ANÁLISE DE PROCEDIMENTOS PÓS-COLHEITA DO FRUTO DA MACAÚBA  
(*Acrocomia aculeata*) E REFINO DO ÓLEO DA POLPA.**

Belo Horizonte, 2016

LORENA AIRES LOMBARDI QUEIROZ

**ANÁLISE DE PROCEDIMENTOS PÓS-COLHEITA DO FRUTO DA MACAÚBA  
(*Acrocomia aculeata*) E REFINO DO ÓLEO DA POLPA.**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Minas Gerais, como parte dos requisitos à obtenção do título de doutor em Engenharia Química.

Orientador: Profa. Dra. Maria Helena  
Caño de Andrade

Belo Horizonte, 2016

Q3a

Queiroz, Lorena Aires Lombardi.

Análise de procedimentos pós-colheita do fruto da macaúba (*Acrocomia aculeata*) e refino do óleo da polpa [manuscrito] / Lorena Aires Lombardi Queiroz. – 2016.  
xix, 203 f., enc.: il.

Orientadora: Maria Helena Caño de Andrade.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais,  
Escola de Engenharia.

Apêndices: f. 172-203.

Bibliografia: f. 151-171.

1. Engenharia química - Teses. 2. Macaúba - Teses. 3. Óleo de macaúba - Teses. I. Andrade, Maria Helena Caño de. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 66.0(043)

Aos meus queridos pais Paulo e Nieve

**Dedico**

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Paulo e Niege, por todo amor, dedicação, pelo apoio incondicional e por sempre acreditarem em mim. Não teria conseguido chegar até aqui sem vocês!

Às minhas queridas irmãs Roberta e Tainã.

Ao Ronald por todo amor e companheirismo, por sempre estar do meu lado e por sempre ter me apoiado.

À professora Maria Helena pela oportunidade, orientação, paciência e ensinamento.

Aos colegas do laboratório que sempre me ajudaram durante toda minha jornada, em especial à minha querida amiga Ana Luíza, Gisele Rabelo, Mariana, Luíza, Camila Salles, Rafaela Marinho, Regiane Rios, Fabiana Fonseca e Carolina Sampaio.

À Thamires por todo auxílio, apoio, dedicação e incentivo.

Ao Alexandre Batista por todo ensinamento e contribuição.

À professora Erika Cren por todo auxílio e conversas no laboratório.

Ao Grupo do laboratório de Análises Químicas – LAMET.

À Professora Vanya Marcia Duarte Pasa, do Laboratório de Ensaio Combustíveis-LEC, pela disponibilidade de análises no seu laboratório.

À Professora Vera Lúcia dos Santos por toda contribuição e pela disponibilidade de uso do seu laboratório.

Ao Professor Roberto Quinino por todo auxílio nas análises estatísticas.

Ao Instituto SENAI de Tecnologia em Alimentos & Bebidas, em especial à Christiane Contigli, Izabel Paixão e Isabela.

A todos do Departamento de Engenharia Química da UFMG que de alguma forma contribuíram para meu trabalho.

À Capes pela bolsa de doutorado concedida.

A todos que de alguma forma contribuíram para o meu trabalho, acreditaram e torceram para que eu alcançasse essa vitória.

Muito obrigada a todos vocês!!!!

## SUMÁRIO

1. Introdução .....	1
2. Objetivos.....	4
2.1 Objetivos específicos .....	4
3. Revisão Bibliográfica .....	5
3.1 Óleos vegetais .....	5
3.2 Plantas oleaginosas .....	6
3.3 Macaúba.....	7
3.3.1 Distribuição geográfica.....	8
3.3.2 Características botânicas.....	10
3.3.3 Composição do fruto.....	11
3.3.4 Utilidades da palmeira e aproveitamento industrial da Macaúba .....	16
3.3.5 A Macaúba e os microrganismos associados.....	19
3.4 Processos industriais para a extração de óleos vegetais .....	20
3.4.1 Obtenção do óleo bruto.....	20
3.4.2 Refino do óleo bruto .....	23
3.5 Alterações químicas nos óleos.....	32
3.5.1 Rancidez hidrolítica .....	32
3.5.2 Rancidez oxidativa.....	33
3.5.3 Fatores que aceleram a oxidação .....	35
4 Material e metodologia .....	37
4.1 Caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba ( <i>Acrocomia aculeata</i> ) após diferentes tratamentos pós-colheita e armazenamento .....	37
4.1.1 Avaliação de diferentes tratamentos pós-colheita .....	37
4.1.2 Avaliação de frutos coletados em duas localidades da grande BH.....	41
4.1.3 Avaliação de frutos coletados em diferentes meses e em uma mesma localidade.....	42

4.2 Acompanhamento das características físico-químicas da polpa e óleo obtidos de frutos armazenados presos ao cacho.....	43
4.2.1 Análises físico-químicas da polpa .....	45
4.2.2 Extração do óleo .....	45
4.2.3 Análises químicas do óleo .....	46
4.3 Avaliação da etapa de clarificação do óleo da polpa de Macaúba utilizando diferentes adsorventes.....	46
4.3.1 Degomagem.....	46
4.3.2 Neutralização .....	47
4.3.3 Clarificação.....	48
4.4 Análises.....	53
4.4.1 Umidade (polpa, casca e endocarpo) .....	53
4.4.2 Atividade de água .....	53
4.4.3 Teor de óleo .....	54
4.4.4 Acidez titulável da polpa .....	54
4.4.5 Quantificação de microrganismos .....	55
4.4.6 Índice de acidez do óleo .....	57
4.4.7 Estabilidade oxidativa.....	57
4.4.8 Determinação do perfil de ácidos graxos.....	58
4.4.9 Carotenoides totais.....	58
4.4.10 Teor de fósforo .....	59
4.5 Análise estatística dos dados .....	59
5. Resultados e discussão.....	60
5.1 Caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba ( <i>Acrocomia aculeata</i> ) após diferentes tratamentos pós-colheita e armazenamento .....	60
5.1.1 Avaliação de diferentes tratamentos pós-colheita .....	60
5.1.2 Avaliação de frutos coletados em duas localidades da grande BH.....	78

5.1.3 Avaliação de frutos coletados em diferentes meses e em uma mesma localidade.....	100
5.2 Acompanhamento das características físico-química da polpa e óleo obtidos de frutos armazenados presos ao cacho.....	114
5.2.1 Massa total e das partes do fruto da Macaúba .....	116
5.2.2 Umidade.....	119
5.2.3 Atividade de água ( $a_w$ ).....	121
5.2.4 Teor de óleo .....	123
5.2.5 Acidez titulável da polpa .....	126
5.2.6 Índice de acidez e estabilidade oxidativa do óleo da polpa da Macaúba...	127
5.2.7 Perfil graxo .....	130
5.3 Refino do óleo da polpa de Macaúba .....	131
5.3.1 Determinação da melhor condição de clarificação utilizando o adsorvente comercial B80.....	131
5.3.2 Efeito do uso do carvão ativado do endocarpo da Macaúba .....	138
5.3.3 Propriedades físico-químicas do óleo durante as etapas do refino .....	142
6. Conclusão .....	149
Referência Bibliográfica.....	151
Apêndice .....	172
A - Condição climática (temperatura e umidade relativa) na região de Belo Horizonte em diferentes safras. ....	172
B - Resumo da Análise de Variância dos experimentos de caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba após diferentes tratamentos pós-colheita. ....	175
B.1 - Análise dos diferentes tratamentos pós-colheita.....	175
B.2- Avaliação de frutos coletados em duas localidades da grande BH.....	186
B.3- Avaliação de frutos coletados em diferentes meses e em uma mesma localidade.....	190
C - Distribuição das massas de cada parte (%) do fruto da Macaúba.....	193

D - Classificação dos frutos quanto à aparência, cor do epicarpo e pedúnculo dos frutos dos lotes que não passaram por tratamento (lote 0 e 1). .....	193
E – Classificação dos morfotipos das bactérias, fungos e leveduras. ....	194
F - Acompanhamento dos frutos da Macaúba armazenados presos ao cacho .....	199
G - Carotenoides totais no óleo após a clarificação.....	200
H - Quadro resumo da análise de variância - ANOVA .....	201
I - Artigos publicados e aceitos para publicação .....	202
I.1 Characteristics of pulp and oil from Macauba ( <i>Acrocomia aculeata</i> ) after different post-harvest treatments and storage .....	202
I.2 Macauba pulp oil bleaching using commercial adsorbent and activated carbon from endocarp of the own fruit.....	202
I.3 Microorganisms in macauba fruits ( <i>Acrocomia aculeata</i> ) after different post-harvest treatments and storage.....	203

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Esterificação entre glicerol e três moléculas de ácido graxo. ....	5
Figura 2 - Palmeira Macaúba jovem encontrada no estacionamento da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.....	8
Figura 3 - Distribuição espacial da espécie <i>Acrocomia aculeata</i> . ....	9
Figura 4 - Subespécies de palmeiras Macaúba ( <i>Acrocomia aculeata</i> ). ....	10
Figura 5 - Partes do fruto de Macaúba.....	12
Figura 6 - Variação da coloração dos frutos de Macaúba.....	12
Figura 7 - Qualidade dos frutos da Macaúba coletados em diferentes situações. ....	17
Figura 8 - Processo de neutralização dos ácidos graxos.....	26
Figura 9 - Auto-oxidação de lipídios insaturados .....	34
Figura 10 - Coletor desenvolvido pelo grupo de pesquisa “Desenvolvimento de processos e produtos do fruto da Macaúba” (DEQ – UFMG). ....	38
Figura 11 - Metodologia de coleta e armazenamento dos frutos da Macaúba. ....	39
Figura 12- Metodologia de análise nos frutos da Macaúba. ....	40
Figura 13 - Palmeira e cacho de Macaúba. ....	44
Figura 14 - Adsorventes utilizados nos ensaios de clarificação. ....	48
Figura 15 - Óleo após a clarificação com mistura adsorvente.....	52
Figura 16 - Distribuição das massas em frutos de Macaúba: (A) após a coleta e tratamento; (B) após trinta dias de armazenamento. ....	66
Figura 17 - Frutos da Macaúba após 30 dias de armazenamento .....	68
Figura 18 - Redução do teor de umidade e voláteis da casca em frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012).....	72
Figura 19 - Redução do teor de umidade e voláteis da polpa em frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012).....	72
Figura 20 - Redução do teor de umidade e voláteis do endocarpo de frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012).....	73
Figura 21 - Redução do teor de umidade e voláteis da amêndoa de frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012).....	73
Figura 22 - Aumento (%) da acidez titulável da polpa de Macaúba após 30 dias de armazenamento (safra 2011/2012). ....	77
Figura 23 - Diminuição da umidade (%) das partes do fruto após trinta dias de armazenamento (coleta em Taquaraçú de Minas).. ....	84

Figura 24 - Diminuição da umidade (%) das partes do fruto após trinta dias de armazenamento (safra 2012/2013) .....	84
Figura 25 - Blox-Plot da acidez titulável da polpa versus lote versus tempo (frutos coletados em Taquaraçu de Minas). .....	86
Figura 26 – Blox-Plot da acidez titulável da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta em Belo Horizonte). .....	86
Figura 27- Blox-Plot da acidez titulável da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta em Belo Horizonte).....	87
Figura 28 - Exemplos de microrganismos encontrados na casca e polpa da Macaúba.	90
Figura 29 - Percentual de cada grupo de microrganismos presentes na casca de frutos coletados em Belo Horizonte, avaliados no dia da coleta (tempo 0) e após 30 dias (tempo 30).. .....	97
Figura 30 - Percentual de cada grupo de microrganismos presentes na polpa de frutos coletados em Belo Horizonte, avaliados no dia da coleta (tempo 0) e após 30 dias (tempo 30).. .....	98
Figura 31- Fungos presente em frutos do lote 1 da terceira coleta (safra 2012/2013).	99
Figura 32 - Frutos da segunda coleta da safra 2013/2014 no tempo 0 .....	101
Figura 33 - Redução de umidade da polpa da Macaúba após o armazenamento de 30 dias (safra 2013/2014) .....	103
Figura 34 - Blox-Plot da umidade da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta).....	104
Figura 35 - Blox-Plot do teor de umidade da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta). .....	104
Figura 36- Blox-Plot da atividade de água da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta).....	106
Figura 37- Blox-Plot da atividade de água da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta). .....	106
Figura 38 - Relação entre a $a_w$ , o crescimento microbiano e a velocidade de diversas reações. ....	107
Figura 39 - Variação na acidez da polpa de frutos coletados em Belo Horizonte .....	109
Figura 40 - Blox-Plot do índice de acidez do óleo da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta). .....	112
Figura 41 - Blox-Plot do índice de acidez do óleo da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta).....	112

Figura 42 - Variação da massa total e das partes dos frutos da Macaúba durante o armazenamento do cacho.....	118
Figura 43 - Variação do teor de umidade dos frutos armazenados no cacho (A) e fora do cacho (B).....	120
Figura 44 - Variação da atividade de água ( $A_w$ ) dos frutos armazenados no cacho (A) e nos cestos plásticos (B).....	123
Figura 45 - Variação do teor de óleo (% base seca) da polpa dos frutos da Macaúba armazenados no cacho (A) e no cesto (B) .....	125
Figura 46 - Variação da acidez titulável da polpa de frutos armazenados no cacho (A) e frutos armazenados no cesto (B).....	125
Figura 47 - Variação do índice de acidez (mg KOH/g) e da estabilidade oxidativa do óleo da polpa de frutos de Macaúba armazenados no cacho e fora do cacho .....	127
Figura 48 - Superfície de resposta e curva de contorno para a resposta capacidade de branqueamento de acordo com o modelo .....	127
Figura 49 - Óleo da polpa da Macaúba durante o refino.....	138
Figura 50 - Comparação da coloração do óleo clarificado apenas com terra comercial e utilizando mistura de terra comercial e carvão ativado.....	139

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Diferentes oleaginosas e os respectivos rendimentos de óleo. ....	6
Tabela 2 – Teor de óleo das partes do fruto da Macaúba. ....	13
Tabela 3 - Composição em ácido graxos do óleo da polpa da Macaúba. ....	14
Tabela 4 - Composição em ácido graxos do óleo da amêndoa da Macaúba. ....	15
Tabela 5 - Parâmetros de neutralização do óleo. ....	27
Tabela 6 – Níveis estudados no DCCR do processo de clarificação com adsorvente comercial B80. ....	49
Tabela 7 - Matriz do DCCR com variáveis codificadas. ....	50
Tabela 8 - Quantidade de massa de adsorvente em gramas (g). ....	50
Tabela 9 - Proporção de carvão ativado utilizado na mistura de adsorvente. ....	52
Tabela 10 - Médias dos diâmetros longitudinais ou altura (mm) dos frutos da Macaúba logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	61
Tabela 11 - Médias dos diâmetros transversais ou largura (mm) dos frutos da Macaúba logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	61
Tabela 12 - Média da massa (g) total e de cada parte do fruto logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	64
Tabela 13 - Proporção (%) de casca, polpa, endocarpo e amêndoa em relação ao fruto inteiro de Macaúba. ....	65
Tabela 14 - Valores médios da umidade (%) das partes do fruto da Macaúba (safra 2011/2012) logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	70
Tabela 15 - Valores médios do teor de óleo em base seca (%) da casca, polpa e amêndoa de frutos da safra 2011/2012 logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	75
Tabela 16 - Valores médios da acidez titulável (% v/m) da polpa da Macaúba (safra 2011/2012) logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	76
Tabela 17 – Médias dos diâmetros (mm) longitudinal e transversal dos frutos coletados em Taquaraçú de Minas após a coleta e tratamento. ....	79
Tabela 18 - Médias das massas (g) totais e das partes dos frutos coletados em Taquaraçú de Minas após a coleta e tratamento. ....	80

Tabela 19 - Proporção (%) de casca, polpa, endocarpo e amêndoa presentes no fruto da Macaúba de diferentes safras e locais de coleta. ....	81
Tabela 20 - Valores médios de umidade (%) da casca, polpa e amêndoa de frutos de Macaúba de Taquaraçú de Minas e Belo Horizonte logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	82
Tabela 21 - Valores médios de acidez titulável da polpa (% v/m) de Macaúbas de Taquaraçú de Minas e Belo Horizonte logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	85
Tabela 22 - Valores médios do teor de óleo (%), em base seca, das partes de frutos de Macaúbas coletados em Taquaraçú de Minas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	88
Tabela 23 - Valores médios do teor de óleo (%), em base seca, da polpa de Macaúbas coletados em Belo Horizonte logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	88
Tabela 24 - Número de morfotipos encontrados na casca e polpa de frutos frescos (tempo 0) e em frutos armazenados por 30 dias (tempo 30) obtidos na primeira coleta realizada em Belo Horizonte (Safrá 2012/2013). ....	90
Tabela 25 - Número de morfotipos encontrados na casca e polpa de frutos frescos (tempo 0) e em frutos armazenados por 30 dias (tempo 30) obtidos na segunda coleta realizada em Belo Horizonte (Safrá 2012/2013). ....	91
Tabela 26 - Quantidade de bactérias, fungos e leveduras (UFC/g <sub>massa seca</sub> ) encontrados na casca e polpa de frutos de Macaúba coletados em Belo Horizonte (1ª coleta). ....	94
Tabela 27 - Quantidade de bactérias, fungos e leveduras (UFC/g <sub>massa seca</sub> ) encontrados na casca e polpa de frutos de Macaúba coletados em Belo Horizonte (2ª coleta). ....	95
Tabela 28 - Correlação de Pearson entre parâmetros da polpa e casca da Macaúba e quantidade de bactérias, fungos e leveduras. ....	100
Tabela 29 - Valores médio de umidade (%) da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	102
Tabela 30 - Valores médios de atividade de água da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). ....	105

Tabela 31 - Valores médios de acidez titulável (%) da polpa da Macaúba coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).....	108
Tabela 32 - Valores médios do teor de óleo, % em base seca, da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). .....	110
Tabela 33 - Valores médios do índice de acidez (mg KOH/g) do óleo da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30). .....	111
Tabela 34 - Percentual de ácidos graxos livres (% em ácido oleico) do óleo da polpa da Macaúba (safra 2013/2014). .....	113
Tabela 35 - Quantidade e massa total dos frutos desprendidos durante o armazenamento do cacho inteiro. ....	115
Tabela 36 - Médias da massa (g) total e das partes do fruto de Macaúba ao longo do período de armazenamento dos frutos no cacho.....	117
Tabela 37 - Composição do fruto da Macaúba (safra2014/2015). .....	117
Tabela 38 - Variação da umidade (% base úmida) da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015). .....	119
Tabela 39 - Condições climáticas ao longo do período de armazenamento do cacho. ....	121
Tabela 40 - Atividade de água da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015).....	122
Tabela 41 - Teor de óleo (% base seca) da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015). .....	124
Tabela 42 - Acidez titulável (%) da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015).....	126
Tabela 43 - Médias do índice de acidez (mg KOH/ g amostra) e estabilidade oxidativa do óleo obtido de frutos armazenados por diferentes tempos (safra 2014/2015).....	128
Tabela 44 - Perfil de ácidos graxos do óleo da polpa da Macaúba em diferentes tempos de armazenamento. ....	131
Tabela 45 - Matriz do delineamento com variáveis codificadas, reais (em parêntesis) e variáveis dependentes: capacidade de branqueamento (%) e índice de acidez (mg KOH/g amostra). .....	132

Tabela 46 - Coeficientes de regressão encontrados pelo modelo codificado para a resposta índice de acidez (mg KOH/g amostra). .....	133
Tabela 47 - Coeficientes de regressão encontrados pelo modelo codificado para a resposta capacidade de branqueamento (%). .....	133
Tabela 48 - ANOVA para a capacidade de branqueamento considerando os coeficientes de regressão com $p < 0,05$ . .....	134
Tabela 49 - Valores de capacidade de branqueamento observados experimentalmente, preditos pelo modelo proposto e os desvios relativos. ....	135
Tabela 50 - Perda de óleo em cada ensaio de clarificação usando apenas terra comercial B80. ....	137
Tabela 51 - Valores de índice de acidez e capacidade de branqueamento após o branqueamento do óleo da polpa da Macaúba usando mistura de carvão ativado e terra comercial (B80). ....	138
Tabela 52 - Perda de óleo em cada ensaio de clarificação usando mistura de terra comercial B80 e dois tipos de carvão ativado do endocarpo da Macaúba. ....	141
Tabela 53 - Caracterização do óleo durante as etapas de refino. ....	142
Tabela 54 - Perfil de ácidos graxos do óleo bruto da polpa da Macaúba e após a clarificação com diferentes adsorventes. ....	148

**LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

ANOVA	Análise de variância
ANP	Agência Nacional de Petróleo
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOCS	American Oil Chemists Society
ASTM	American Society for Testing and Materials
AT	Acidez titulável (%)
$a_w$	Atividade de água
CA	Carvão ativado
CT	Carotenoides totais ( $\mu\text{g/g}$ ou ppm)
DCCR	Delineamento Composto Central Rotacional
FAME	Ésteres metílicos dos ácidos graxos
TO	Teor de óleo (%)
U	Umidade (%)
UFC	Unidades formadoras de colônia
USDA	United States Department of Agriculture

## ABSTRACT

The use of vegetable oils has been increasing throughout the world and currently their market is determined not only by the use for food purposes, and the production of pharmaceuticals and lubricants, as well as for the production of biodiesel. Brazil has an enormous diversity of species of oil plants of which can be extracted oils, and among these, Macauba Palm (*Acrocomia aculeata*) can be highlighted, a typical species of the Brazilian cerrado, which produces a fruit that can be used as source vegetable oil with high added value. All parts of the fruit can be used, however the economically more representative product is oil extracted from the pulp and kernel. Macauba pulp oil has similar applications to those obtained by other oilseeds, However, the limiting factors are the post-harvest and oil extraction, which is based on adapted to other oil technologies. Considering the assessment of fresh fruit (newly fallen) and the period of 30 day, the results of the analyzes of three consecutive harvests indicated that if the objective is to preserve the Macauba frutis, so that the pulp remains with lower acidity, the recommended treatment is washing with water followed by immersion in chlorinated solution 2 % and further drying in an oven at 60 ° C for 24 h. However, this treatment was not sufficient to ensure that the oil produced from this pulp had acidity index less than 4.0 mg KOH / g, limit established by ANVISA. Thus, to meet this need it is recommends that the processing is performed as soon as possible after harvest. Considering the evaluation of fruits collected and kept attached to the bunch during the entire release period of the fruit, the results of the evaluation at every 3 or 4 days, showed a continuous increase in titratable acidity of the pulp of 0.85 to 10.64% to the 36th day period, while the acidity index of the pulp oil resulted in values up to 1.58 mg KOH / g for 19 days and after that to variable values of 3.36 to 24.28 mg KOH / g. Simultaneously it was detected an increase in the oil content of the fruits kept the bunch to values of 43.43% to 52.94% (dry basis) in 36 days. After 19 days, the value was 50.71%. These results suggest that the fruit after harvest may be stored in the bunch maintained for about 20 days, providing characteristics desirable in higher oil content and with a still low acid number. The evaluation of the refining process for pulp oil with an initial acid value of 4.1 mg KOH /g, included the processes of degumming, neutralization and the clarification by two alternative processes. Firstly, one conventional adsorption process with commercial land. Secondly, one process proposed by this work, involving the use of land mixed with the activated carbon obtained from the endocarp of the Macauba fruit. The pulp oil refining process was efficient in the removal of free fatty acids, with values below 0.29 mg KOH/g. Further, the use of a

commercial adsorbent mixture and activated carbon from the Macauba endocarp promoted a greater bleaching capacity and phosphorus removal compared to using only commercial earth.

## RESUMO

O consumo de óleos vegetais tem aumentado no mundo todo e atualmente seu mercado é determinado não só pelo consumo para fins alimentícios e produção de fármacos e lubrificantes, como também para a produção de biodiesel. O Brasil possui uma enorme diversidade de espécies vegetais das quais se podem extrair óleos, podendo-se destacar a Macaúba (*Acrocomia aculeata*), uma palmeira típica do Cerrado brasileiro, que produz um fruto que pode ser utilizado como fonte de óleo vegetal. Pode-se fazer o aproveitamento integral de todas as partes dos seus frutos, entretanto o produto economicamente mais representativo são os óleos extraídos da polpa e da amêndoa. O óleo da polpa da Macaúba apresenta aplicações similares aos obtidos por outras oleaginosas, contudo, os fatores limitantes ao seu uso são os atuais procedimentos de pós-colheita e extração dos óleos, feitos na forma extrativista e com base em tecnologias adaptadas de outras oleaginosas. Este trabalho teve dois objetivos, o primeiro foi a análise de metodologias de coleta e procedimentos pós-colheita, que incluíram: a avaliação de frutos recém-caídos no dia da coleta e após um período de 30 dias e; a avaliação de frutos coletados e mantidos presos ao cacho, durante todo o período de desprendimento desses frutos. O segundo foi a identificação de condições do processo de refino, visando à obtenção de óleo da polpa compatível com o padrão estabelecido pela ANVISA para óleos vegetais. Os resultados da análise de procedimentos pós-colheita, considerando desde a armazenagem na temperatura ambiente, passando por lavagem, higienização e secagem parcial, indicaram que nenhum dos tratamentos propostos foi eficiente para impedir a elevação da acidez titulável da polpa, que atingiu valores de até 17% e 35%, respectivos às situações de frutos submetidos à lavagem, higienização e secagem parcial a 60°C e frutos sem tratamento. Ainda, a análise dos óleos obtidos da polpa de frutos submetidos aos diferentes tratamentos revelou que índices iniciais de acidez na faixa de 0,4 a 0,9 mg KOH/g se elevaram para valores na faixa de 20 a 25 mg de KOH/g, após 30 dias de armazenamento dos frutos, extrapolando o limite de 4,0 mg KOH/g estabelecido pela ANVISA, RDC 270. Assim, embora esses resultados indiquem que o tratamento de lavagem, higienização e secagem parcial propiciou uma menor elevação dos níveis de acidez da polpa, a recomendação para obtenção de óleos da polpa com menor índice de acidez ainda seria o processamento em um menor tempo possível após a coleta. Por outro lado, resultados da análise de frutos armazenados no cacho, avaliados a cada 3 e 4 dias, indicaram um crescimento contínuo da acidez titulável da polpa do valor inicial de 0,85 a 10,64%, no período de 36 dias, enquanto que o índice de acidez dos óleos obtidos da polpa

desses frutos resultaram em uma manutenção de valores de até 1,58 mg KOH/g durante 19 dias, seguido da elevação para valores variáveis na faixa de 3,36 até 24,28 mg KOH/g. Simultaneamente foi detectada a elevação no teor de óleo dos frutos mantidos ao cacho para valores de 43,43% a 52,94% (base seca), nos 36 dias, sendo que após 19 dias o valor foi de 50,71%. Estes resultados sugerem que o fruto após a colheita pode ser armazenado mantido no cacho por cerca de 20 dias, proporcionando características desejáveis de maior teor de óleo com índice de acidez ainda baixo. A avaliação do processo de refino para um óleo extraído da polpa da Macaúba com valor inicial de acidez de 4,1 mg KOH/g, incluiu as etapas de degomagem e neutralização, bem como da clarificação por dois processos alternativos, o primeiro convencional por adsorção com terra comercial e o segundo proposto por este trabalho associando o uso da terra com o carvão ativado obtido do endocarpo do fruto da Macaúba. Os resultados indicaram que o refino foi eficiente na remoção dos ácidos graxos livres, levando a valores abaixo de 0,29 mg KOH/g, sendo que a alternativa proposta neste trabalho de substituição parcial da terra adsorvente com 5 a 10% de carvão ativado foi a que promoveu uma maior capacidade de branqueamento e maior remoção de fósforo.

**Palavras-chave:** *Acrocomia aculeata*, Macaúba, óleo de macaúba, refino, clarificação.

## 1. INTRODUÇÃO

Plantas oleaginosas se constituem em uma importante fonte de matéria-prima para a obtenção de óleos com aplicação em diversos setores industriais, tais como os de produção de alimentos, cosméticos, fármacos, biocombustíveis, lubrificantes, entre outros.

Destaca-se que a partir de meados dos anos 2000, o uso de óleos vegetais como alternativa para a produção de combustíveis automotivos promoveu uma mudança no mercado internacional de oleaginosas, que passou a incorporar um importante segmento da economia mundial: o energético (BARBOSA *et al.*, 2008). As vantagens estão relacionadas aos aspectos ambientais, sociais e econômicos, principalmente associada ao fato de ser uma fonte de energia renovável e promover o sequestro de carbono; minimizar a poluição em cidades com grande tráfego de veículos e; permitir a geração de emprego por meio da agricultura familiar e a de grande escala. De acordo com o Departamento de Agricultura dos EUA (USDA, 2015), nos últimos anos, a produção mundial de óleo vegetal, tanto para alimentos como para o biocombustível, tem aumentado a uma taxa em torno de 6% ao ano. Nesse sentido, diante do protagonismo no desenvolvimento e uso de tecnologia para a produção de biocombustíveis, bem como da perspectiva de incorporação de áreas sem competição com a agricultura de alimentos, o Brasil desponta como um dos países propensos a liderar a agricultura de energia no mundo (BANDEIRA, 2011).

O Brasil possui uma enorme diversidade de espécies vegetais das quais se podem extrair óleos, sendo que a produção de óleos de palmeiras oleaginosas surge como uma alternativa à produção de óleos a partir de sementes e grãos. Entre as palmeiras potenciais se destaca a Macaúba (*Acrocomia aculeata* (JACQ.) LODD. EX MART), uma palmeira com larga distribuição na América Tropical (PIRES *et al.*, 2013), e com grandes populações no cerrado brasileiro (SILVA e CAÑO-ANDRADE, 2013; MOURA *et al.*, 2010). A literatura indica que a produtividade em óleo dos frutos da Macaúba pode variar de 1500 a 5000 kg ha<sup>-1</sup> (MOTA *et al.*, 2011; MOURA *et al.*, 2010), quantitativo que pode ser melhorado ao se passar da cultura nativa para a cultura planejada, atingindo valores iguais ou superiores ao obtido pela cultura da palma (*Oil Palm (Elaeis guineenses)*).

No fruto da Macaúba, os óleos estão presentes nas partes polpa (mesocarpo) e amêndoa (semente) e possuem perfis de ácidos graxos diferenciados, o que significa que são obtidos dois óleos, com preços e aplicações distintos no mercado para os setores de alimentos, energia e cosméticos (MOTA *et al.*, 2011, AMARAL *et al.*, 2011). Além da alta produtividade de óleo por hectare, pode-se fazer o aproveitamento integral dos seus frutos,

com a geração de óleo rico em ácido oleico a partir da polpa; óleo rico em ácido láurico a partir da amêndoa; materiais proteicos produzidos a partir das tortas da polpa e da amêndoa, que podem ser usados para ração animal ou alimentação humana; carvão vegetal e carvão ativado produzidos do endocarpo e briquetes produzidos do endocarpo e da casca da Macaúba (PIRES *et al.*, 2013, FARIA e CAÑO ANDRADE, 2012).

Porém, a introdução da cultura da Macaúba enfrenta dificuldades que devem ser superadas nos processos de colheita e pós-colheita de frutos de Macaúba. As principais são a sazonalidade na frutificação e forma de colheita e armazenamento que vise à conservação do fruto com manutenção da qualidade do óleo (MOTA *et al.*, 2011). Apesar de estudos avançados na domesticação da Macaúba, sua exploração ainda ocorre principalmente através da coleta dos frutos em grandes populações naturais, sendo a maior parte dos frutos coletados no solo (LIMA, 2011).

O principal problema do óleo da polpa da Macaúba reside na facilidade de acidificação. A coleta tardia dos frutos caídos no solo, bem como o armazenamento em condições inadequadas leva à degradação do fruto por microrganismos associados à planta e presentes no solo, causando a perda da qualidade do fruto e de seus óleos, com a consequente diminuição da possibilidade de aproveitamento nos diversos setores de aplicação (CAVALCANTI-OLIVEIRA *et al.*, 2015; PEREIRA *et al.*, 2013; SILVA, 2007, CAÑO ANDRADE *et al.*, 2006).

Nesse sentido são necessários estudos com foco na tecnologia pós-colheita, visando o armazenamento dos frutos com preservação da qualidade contida em um fruto fresco ou recém-colhido, bem como do uso de tecnologia adequada para a extração do óleo. Esses requisitos são primordiais para obter avanços no processamento do fruto da Macaúba, de forma a permitir a utilização dos óleos e demais partes do fruto para as diversas aplicações e com a incorporação de valor aos produtos e coprodutos gerados.

Adicionalmente, tem-se que os óleos vegetais brutos, além de conterem ácidos graxos livres, indicados pelo teor de acidez, contêm ainda constituintes minoritários como pigmentos (clorofila, carotenoides, tocoferol), fosfolipídios, hidroperóxidos e traços de metais, que limitam a conservação ou o uso desses óleos (ZSCHAU, 2001). Apesar de esses componentes possuírem atributos que direcionariam para a sua recuperação e comercialização, processos para essa finalidade ainda requerem desenvolvimentos de tecnologias viáveis sob os pontos de vista técnico e econômico. Assim, em geral, os óleos vegetais são comercializados após passarem por processo de refino, de forma a garantir produtos atraentes aos consumidores e com qualidade e estabilidade, ou seja, vida de prateleira longa (NGUETNKAM *et al.*, 2008;

TAN *et al.*, 2002). Os padrões de qualidade dos óleos vegetais refinados são estabelecidos por meio de legislação, nacional e/ou internacional. No Brasil, os órgãos reguladores são o Ministério da Agricultura e a ANVISA. Apesar de haver diversos estudos na literatura sobre o refino de diferentes óleos vegetais, o refino do óleo da Macaúba ainda é muito pouco estudado.

No refino do óleo, seja ele químico ou físico, o processo de clarificação é a etapa mais importante porque determina a aparência, o sabor e a estabilidade do produto final (ROSSI *et al.*, 2003). Embora a remoção da cor (pigmentos) seja o principal objetivo do processo de clarificação, outros compostos como traços de metais, sabão, produtos de oxidação e fosfolípidios também são removidos (AISHAT *et al.*, 2015; KAYNAK, *et al.*, 2004; OMAR *et al.*, 2003; ZSCHAU, 2001).

Os adsorventes utilizados na clarificação de óleos são predominantemente argilas ou terras, que podem ser naturais ou ativadas. Entretanto, há o interesse crescente no uso de adsorvente de baixo custo na clarificação de óleos vegetais que traz como alternativa a utilização de materiais na forma de carvão ativado (AISHAT *et al.*, 2015).

Diante do exposto, este trabalho se constitui em uma contribuição para as pesquisas que tem o objetivo de qualificar o fruto da Macaúba como uma matéria prima de qualidade para aplicação nos diversos potenciais setores industriais descritos, em especial com a aplicação dos óleos da polpa com foco nos setores alimentício e de energia. Assim, neste trabalho pontos críticos do processamento foram abordados, a saber, procedimentos de preservação pós-colheita e o processo de refino do óleo da polpa.

Os procedimentos de preservação pós-colheita contemplam a avaliação em três safras consecutivas (2011-2012, 2012-2013 e 2013-2014) e incluíram a avaliação dos processos de acidificação e de crescimento de microrganismos no fruto utilizando-se diferentes tratamentos pós-colheita, por técnicas simples e de baixo custo, portanto passíveis de aplicação em pequenas e grandes unidades produtoras.

O preparo da polpa para a secagem a extração em prensa contínua do tipo expeller foi realizado segundo metodologia de Pimenta *et al.* (2012). Na sequência apresenta-se o estabelecimento de metodologias de refino do óleo da Macaúba com foco na etapa de clarificação, a qual foi introduzida pela técnica convencional com o uso de terras clarificantes associadas ou não com o uso de carvão vegetal ativado, sendo que neste trabalho foi utilizado o carvão vegetal ativado produzido a partir do endocarpo do próprio fruto da Macaúba.

Os resultados do presente trabalho apontam caminhos a serem seguidos para o tratamento e processamento adequado do fruto.

## 2. OBJETIVOS

O objetivo global deste trabalho foi a avaliação de metodologias de coleta e procedimentos pós-colheita do fruto da Macaúba, bem como a identificação de condições operacionais para o refino do óleo da polpa visando à obtenção de óleo vegetal com qualidade compatível com o estabelecido pela ANVISA, RDC 270.

### 2.1 Objetivos específicos

Os objetivos específicos foram:

- Análise de desempenho de tratamentos pós-colheita com foco na capacidade de promoção da preservação do fruto durante o período de 30 dias, por meio da avaliação da umidade, teor de óleo e acidez titulável como indicativo da qualidade da polpa do fruto, assim como a avaliação do efeito dos diferentes tratamentos propostos nas características biométricas do fruto;
- Avaliação da presença e crescimento de microrganismos nas partes casca e polpa do fruto após submissão a diferentes tratamentos pós-colheita, no tempo zero e após 30 dias de armazenamento;
- Acompanhamento das características da polpa e do óleo obtidos de frutos mantidos presos ao cacho e fora do cacho, ambos sem nenhum tratamento pós-colheita, de forma a identificar até quantos dias após a coleta é possível armazenar o fruto sem prejudicar a qualidade do mesmo por meio da preservação das características iniciais;
- Realização do refino do óleo da polpa da Macaúba, seguindo procedimentos e parâmetros de processo estabelecidos na literatura, para as etapas de degomagem, neutralização e clarificação;
- Avaliação do efeito de diferentes condições de temperatura e quantidade de adsorvente na clarificação do óleo da polpa da Macaúba;
- Introdução do uso do carvão ativado obtido do endocarpo do próprio fruto da Macaúba, como substituto parcial do adsorvente comercial normalmente utilizado nos processos industriais de clarificação, propondo uma nova aplicação para essa biomassa gerada no processamento do fruto da Macaúba.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Óleos vegetais

Óleos e gorduras são substâncias insolúveis em água (hidrofóbicas) de origem animal ou vegetal, formados predominantemente pelos produtos resultantes da esterificação entre o glicerol e ácidos graxos, chamados de triglicerídeos ou triacilgliceróis. Quando estão sob forma sólida são chamados de gorduras e quando estão sob forma líquida são chamados de óleos.

A Figura 1 mostra a reação de esterificação que forma os triglicerídeos.

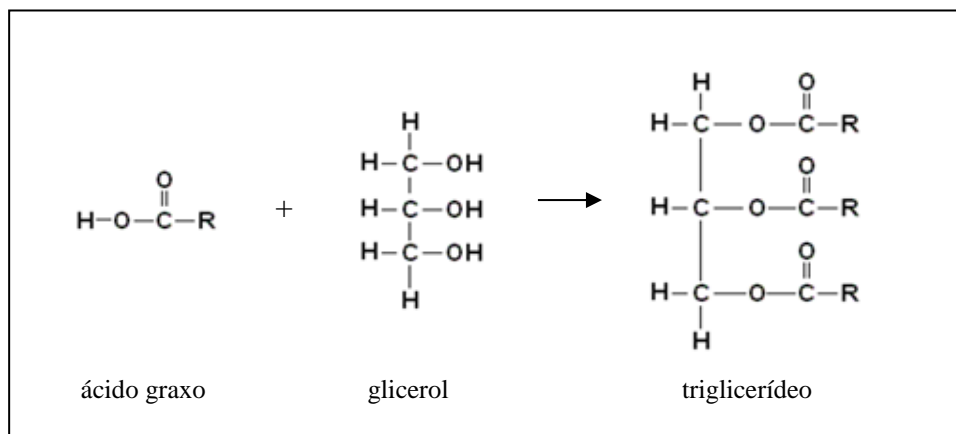


Figura 1- Esterificação entre glicerol e três moléculas de ácido graxo.

Os óleos vegetais brutos são constituídos principalmente por triglicerídeos (cerca de 95%), alguns ácidos graxos livres, mono e diglicerídeos, e contêm ainda vários componentes em menor proporção, tais como fosfolipídios, esteróis, tocoferóis, carotenoides, clorofilas e outros pigmentos, bem como traços de metais e produtos de oxidação indesejáveis, como os peróxidos, aldeídos e cetonas (GUSTONE, 2005).

As propriedades químicas, físicas e nutricionais dos óleos dependem fundamentalmente da constituição dos ácidos graxos e de suas posições na molécula de triacilglicerol. Os ácidos graxos distinguem-se pelo tamanho da cadeia, número e posição de duplas ligações. Variações dessas características são responsáveis pelas diferenças químicas e físicas de cada óleo (O'BRIEN, 2009).

### 3.2 Plantas oleaginosas

O Brasil possui grande diversidade de espécies vegetais das quais é possível extrair óleos. Algumas espécies são nativas e de ciclo longo ou perene, como o dendê (*Elaeis sp.*), buriti (*Mauritia sp.*), babaçu (*Orbignya sp.*) e mamona (*Ricinus communis*), enquanto outras são cultivadas em ciclos curtos, como a soja (*Glycine max*) e o amendoim (*Arachis hypogaea*) (PEIXOTO, 2010).

A demanda mundial crescente por óleo para uso alimentar impulsionou o crescimento da produção de oleaginosas com teor de óleo mais elevado que a soja, muito antes do surgimento da demanda da indústria de biodiesel, incentivando a produção de variedades cujo rendimento por hectare em óleo era mais vantajoso (PEIXOTO, 2010).

No Brasil, existe um grande número de variedades de palmeiras, das quais é possível obter óleo vegetal, sendo que as reservas naturais das palmáceas de dendê, babaçu e macaúba (*Acrocomia aculeata*) se destacam pelo alto rendimento energético por unidade de área cultivada e pelo fornecimento de uma ampla variedade de matérias-primas para vários segmentos industriais (SILVA, 2007).

Os óleos vegetais extraídos de culturas perenes, como as palmáceas citadas, possibilitam a obtenção de vários insumos em rendimentos pouco vistos em outras espécies vegetais, devido às significativas quantidades excedentes de biomassa residual, decorrente da etapa de extração do óleo, cujo aproveitamento implicará na redução dos custos finais do óleo (SILVA, 2007). A Tabela 1 mostra a relação do rendimento do óleo para algumas culturas.

Tabela 1 - Diferentes oleaginosas e os respectivos rendimentos de óleo.

Espécie	Rendimento de óleo (kg/ha)
Soja	375
Girassol	800
Milho	145
Algodão	273
Mamona	1188
Babaçu	1600
Dendê	5000
Oliva	1019
Macaúba	4800

Fonte: Adaptado de Santori *et al.*, 2012 e Silva, 2007.

Entre as oleaginosas, a cultura do dendê (*Elaeis guineensis*) é a de maior produtividade com um rendimento de cerca de 4 a 6 t de óleo/ha (BELTRÃO e OLIVEIRA, 2008). Vários autores estimaram a produtividade média potencial da Macaúba, porém o estudo realizado pela Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC (1983) é pioneiro, sendo extensivamente citado. De acordo com esse estudo, a produtividade é de cerca de 24 t/ha de frutos, o que equivale a aproximadamente 4,8 t de óleo. Entretanto, estes trabalhos indicam a produtividade apenas na fase de produção plena (PIMENTEL, *et al.* 2011). Esses valores somente são comparados ao dendê, palmácea responsável por cerca de 30% de todo óleo vegetal produzido no mundo (MOTA *et al.*, 2011).

Apesar de sua cadeia produtiva estar em desenvolvimento (processo de domesticação da espécie e desenvolvimento industrial), a Macaúba tem características produtivas similares a da Palma (produtividade, tipos de óleo e coprodutos). Porém, no Brasil a Macaúba tem a vantagem de estar adaptada à grande parte do território nacional enquanto que a palma está restrita à região equatorial (PIMENTEL *et al.* 2011).

Estudos sobre a Macaúba têm sido realizados no Brasil desde a segunda metade do século passado. Entretanto, foi na década de 1980, impulsionado pelo Pro-óleo, programa que previa a produção de óleos vegetais em larga escala para substituir o óleo diesel no Brasil, que a pesquisa com a Macaúba ganhou impulso (MOTOIKE *et al.*, 2011). Contudo, antes do início da década de 90, os bons resultados do biocombustível obtido a partir da cana-de-açúcar e o retorno da oferta favorecida dos combustíveis fósseis levaram a uma paralisação desse Programa.

Destaca-se que a Macaúba apresenta várias características positivas, como alta produtividade de óleo; rusticidade; ampla adaptabilidade; possibilidade de cultivo em pequenas propriedades; possibilidade de cultivo em sistemas agrossilvipastoris; geração de créditos de carbono, dentre outras. Como desvantagem destaca-se o fato da cultura não estar totalmente domesticada (PIMENTEL *et al.*, 2011).

### **3.3 Macaúba**

A Macaúba pertence ao grupo das palmeiras do gênero *Acrocomia*. A espécie *Acrocomia aculeata*, que representa a Macaúba, apresenta cerca de 35 sinônimas (LORENZI, 2006). Portanto, há grande confusão quando se pretende estudar a espécie, inclusive porque existe grande variabilidade genética dentro do que se convencionou chamar *Acrocomia aculeata* (PIMENTEL *et al.*, 2011).

De acordo com Pimentel *et al.* (2011) há entretanto um consenso de que dentro da espécie *Acrocomia aculeata* verifica-se presença nítida de três subespécies principais: *sclerocarpa*, *totali* e *intrumescens*. No Brasil há a presença dos três genótipos, ao passo que, nos demais países de ocorrência natural, como o Paraguai e a Bolívia, predomina a *Acrocomia aculeata totali* (MANFIO *et al.*, 2011a).

### 3.3.1 Distribuição geográfica

A Macaúba, vista na Figura 2, possui distribuição ampla nas Américas Tropical e Subtropical, e é nativa de diversas regiões brasileiras, sobretudo do cerrado (BICALHO *et al.*, 2011), sendo explorada comercialmente no Brasil e no Paraguai (LORENZI, 2006).



Figura 2 - Palmeira Macaúba jovem encontrada no estacionamento da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

No Brasil, a Macaúba é considerada a palmeira de maior distribuição, estendendo-se desde os estados de São Paulo e do Rio de Janeiro, passando por Minas Gerais e por todo o Centro- Oeste, Nordeste e Norte (MOTA *et al.*, 2011; AQUINO *et al.*, 2008). A Figura 3 mostra a distribuição geográfica da Macaúba no Brasil. Embora a Macaúba esteja presente em quase todas as regiões do território brasileiro, os povoamentos naturais mais densos da

palmeira localizam-se em Minas Gerais, Goiás e nos estados do Mato Grosso, notadamente nas áreas menos colonizadas (CETEC, 1983).

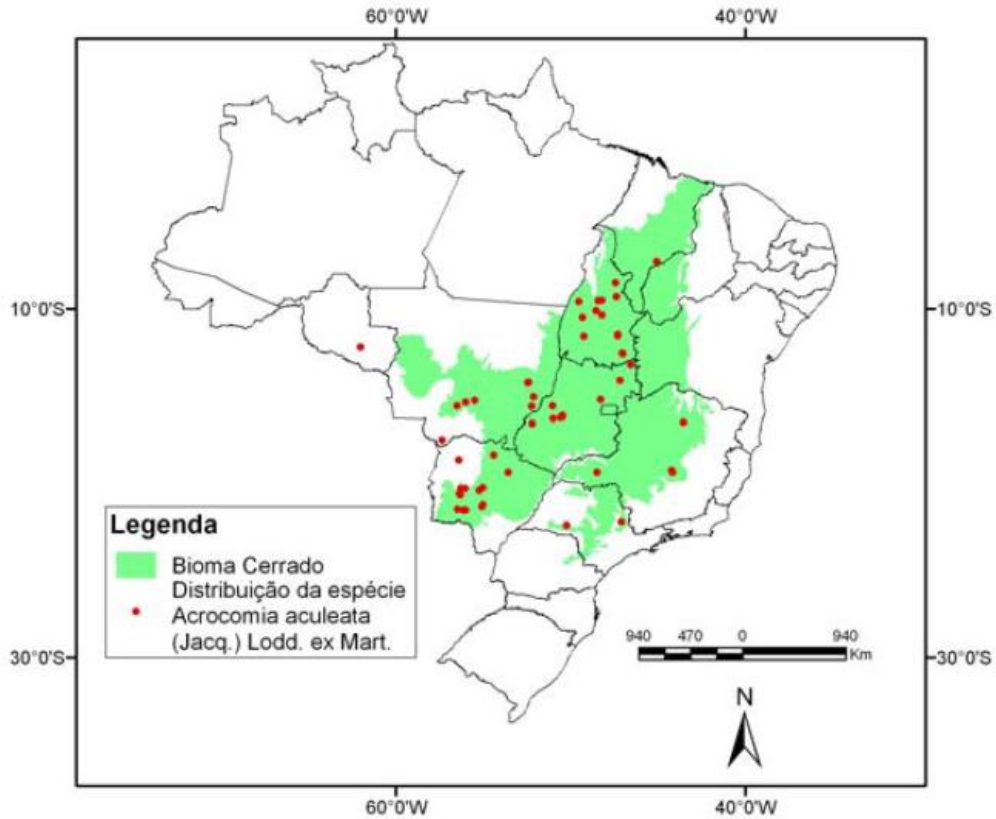


Figura 3 - Distribuição espacial da espécie *Acrocomia aculeata*.

Fonte: Ratter *et al.* (2003).

A ocorrência em quase todas as regiões do Brasil resultou na multiplicidade de denominações vulgares e regionais da palmeira. Na região oeste do Brasil, a palmeira é mais conhecida como bocaiúva; no Pará e na Ilha de Marajó é mais conhecida como mucajá, camajá, mucujá e macajá; em algumas regiões do Nordeste, é mais conhecida como camaíba e macajuba; nas demais regiões do Brasil, a palmeira recebe vários outros nomes, como macaíba, macaúba, bocaiúva, embocaiúva, coco baboso, coco espinho, coco de catarro, caiol e macajira. No Paraguai, a palmeira é conhecida como mbocayá, coquito e cocotero. Na Costa Rica, como coyol. Nas Guianas, como “gru-gru”. Nas literaturas inglesa e americana é citada como macauba palm, macauba, macaw palm, macaya oil, groo groo, grugru palm, corosse, mbocayá, Paraguay palm kernel e Paraguay palm (SILVA, 2007).

Nas regiões do cerrado esta planta tem importante papel sócio econômico-ambiental, principalmente nos estados de Minas Gerais, Mato Grosso e Goiás, onde é utilizada pelas

comunidades locais com finalidades diversas, que vão desde a produção de alimentos até a farmoquímica (LORENZI, 2006).

Em Minas Gerais registra-se o uso do óleo proveniente da polpa e da amêndoa como combustível e/ou matéria-prima para a produção de sabão e outros produtos. No Mato Grosso do Sul predomina o uso da polpa *in natura* ou processada com fins alimentícios (LORENZI, 2006).

O estado de Minas Gerais possui três grandes regiões de ocorrência da Macaúba, presentes em áreas de solos com maior fertilidade natural e vegetação primitiva de fisionomia florestal: Alto Paranaíba, Zona Metalúrgica e Montes Claros (MOTTA *et al.*, 2002).

### 3.3.2 Características botânicas

Cada uma das três subespécies citadas anteriormente possui características particulares que permitem a diferenciação entre elas, como pode ser visto na Figura 4.

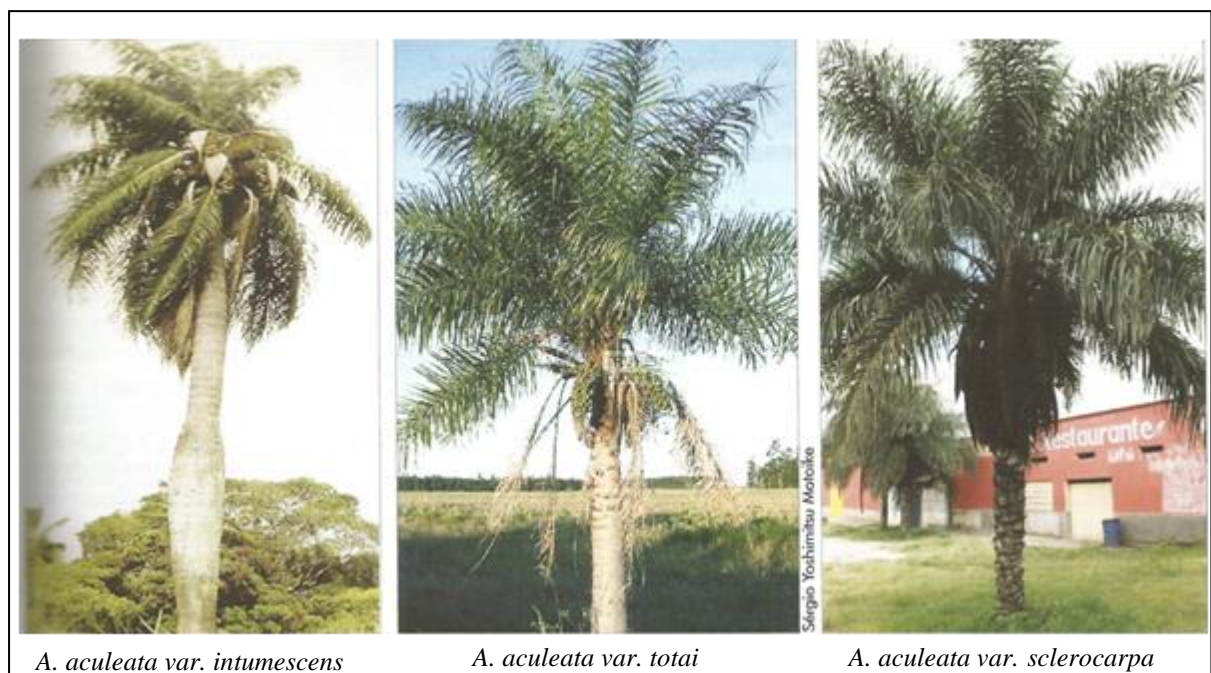


Figura 4 - Subespécies de palmeiras Macaúba (*Acrocomia aculeata*).

Fonte: Manfio *et al.*, 2011b.

*A. aculeata* var. *sclerocarpa* é a que apresenta frutos maiores, com maior teor de óleo na polpa, sendo o genótipo ideal para iniciar programas de melhoramento com foco na produção de óleo vegetal. Sua ocorrência natural é mais expressiva no estado de Minas Gerais

(MANFIO *et al.*, 2011a). A possibilidade de maior obtenção de óleo é fundamental no melhoramento da espécie, pois para desenvolver cultivares com alto rendimento em óleo é preciso partir de cruzamentos desta variedade botânica (MANFIO *et al.*, 2011b). Outra característica marcante dessa subespécie é a presença de acúleos (espinhos) ao longo do estipe, folhas, folíolos e parte dos cachos (MOTA *et al.*, 2011). Este trabalho foi desenvolvido com frutos dessa subespécie.

*A. aculeata* var. *totai*, predominante no Paraguai, São Paulo e Mato Grosso do Sul, apresenta menor teor de óleo, sendo mais indicada para farinhas e alimentação humana. *A. aculeata* var. *intumescens* possui frutos similares a subespécie *totai* e ocorre, principalmente, nos Norte e Nordeste brasileiro. Sua principal diferença em relação à variedade *totai* é o estipe em forma de garrafa, motivo pelo qual é conhecida como Macaúba barriguda. Estas duas variedades também são conhecidas como Macaúbas doce, pois apresentam a polpa adocicada. Nestes frutos, provavelmente predomina a formação de amido e açúcares, em detrimento à formação de óleo (MANFIO *et al.*, 2011b).

As fases de floração e frutificação possuem grande variação, provavelmente causada pelos fatores climáticos de cada região, sendo que a fase de desenvolvimento dos frutos inicia-se no final do período chuvoso (MOTA *et al.*, 2011; LORENZI, 2006).

O processo de formação e maturação dos frutos leva vários meses, podendo durar até um ano. Ainda que sejam possíveis frutos o ano todo, a safra (três ou quatro cachos por planta por ano, podendo chegar a sete), ocorre entre os meses de setembro e março, dependendo da localização geográfica (MOTA *et al.*, 2011). No entanto, a maior disponibilidade de frutos maduros ocorre entre outubro e dezembro, período reconhecido como da safra da Macaúba (LORENZI *et al.* 2011).

Em algumas áreas agricultáveis, ou de solos mais férteis, a Macaúba pode produzir até 8 cachos por palmeira com o número de frutos por panícula variando de 400 a 500. Em terras de menor uso agrícola, ou em palmeiras idosas ou mais jovens, a produção média não é superior a 4 cachos por palmeira (CETEC, 1983).

### 3.3.3 Composição do fruto

Os frutos da Macaúba são formados por epicarpo, mesocarpo, endocarpo e amêndoa (Figura 5). São esféricos, em forma de drupa, com diâmetro variando de 2,5 cm a 5,0 cm.



Figura 5 - Partes do fruto de Macaúba.

Durante seus estádios iniciais de desenvolvimento o fruto possui epicarpo (casca externa) de cor verde, passando à coloração verde-amarela, amarela ou castanha quando maduro. Essa variação da cor é dependente da região de ocorrência e da planta (SACARIOT *et al.*, 1991) citado por (MOTA *et al.*, 2011). A variabilidade na cor da casa pode ser vista na Figura 6. Nos frutos ainda imaturos, o epicarpo encontra-se muito aderido ao mesocarpo, rompendo-se facilmente quando maduro.



Figura 6 - Variação da coloração dos frutos de Macaúba: (A), (B) e (C) variação na cor de frutos coletados em um mesmo local e data; (D) coloração de frutos maduros provenientes de diferentes localidades; (E) coloração dos frutos em estágio inicial de desenvolvimento.

Fonte: Mota et al., 2011.

O mesocarpo é fibroso, mucilaginoso, rico em triglicerídeos, e apresenta cor amarela ou branca (dependente ou não do estágio de desenvolvimento do fruto e localização geográfica da planta). É comestível e popularmente designado de polpa (LORENZI, 2006).

Na maturação, e enquanto o fruto está ainda preso ao cacho, a polpa é fortemente aderida à casca externa e ao endocarpo. Após a queda do coco, um espaço livre vai se desenvolvendo entre a polpa e a casca externa (consequência da redução gradual da umidade no fruto), o que posteriormente facilita a exclusão da casca. A umidade está distribuída desigualmente pelas diferentes partes do fruto, sendo menor na amêndoa e maior na polpa e na casca (CETEC, 1983).

A polpa envolve o endocarpo de cor preta, lenhoso e rígido, que protege uma amêndoa oleaginosa, podendo ter duas ou três, de cor branca, recoberta por membrana escura e pouco espessa (SACARIOT *et al.*, 1991; MOTA *et al.*, 2011).

Tanto a composição do fruto (proporção entre as partes), como o teor de óleo na polpa e na amêndoa, são bastante discrepantes, resultado não só da origem dos frutos, mas também do grau de maturidade e umidade dos frutos submetidos à análise (CETEC, 1983).

O fruto da Macaúba possui óleo em quase todas as partes, exceto no endocarpo. Contudo, é encontrado principalmente no mesocarpo e na amêndoa (MOTA *et al.*, 2011). Na amêndoa o teor de óleo varia de 46% a 58% em base seca, sendo este conteúdo inferior somente ao mesocarpo que pode atingir até 70% (CETEC, 1983; WANDECK e JUSTO, 1988). O epicarpo possui cerca de 10% de óleo. Na Tabela 2 está apresentado o teor de óleo das partes que constituem o fruto da Macaúba.

Tabela 2 - Teor de óleo das partes do fruto da Macaúba.

Partes do fruto	Óleo na base seca (%)			
	(A)	(B)	(C)	(D)
Epicarpo	9,8	10,90	-	-
Mesocarpo	69,9	69,6	48,4	32,05
Amêndoa	58	46,60	58,7	47,8

Fonte : (A) Cetec, 1983; (B) Wandeck e Justo, 1988; (C) Farias *et al.*, 2010 e (D) Machado *et al.*, 2014.

A composição do óleo da casca (epicarpo) é muito similar ao da polpa, o que sugere migração de óleo da polpa para a casca, uma vez que a constituição dessa é porosa (MOTA *et al.*, 2011).

Os óleos da polpa e da amêndoa são os mais explorados e possuem valores e aplicações distintas no mercado. O óleo da polpa da Macaúba é amarelo-alaranjado, devido à presença de carotenoides, principalmente  $\beta$ -caroteno, que corresponde a cerca de 80% dos carotenoides totais (RAMOS *et al.*, 2008). Possui elevado teor de ácidos graxos insaturados (72,9% a 80,35%), sendo o oleico (C18:1) presente em maior proporção, seguido pelo

linoleico(C18:2). Ainda é encontrado ácido linolênico (C18:3), que varia de 0 a 2,26% (MOTA *et al.*, 2011). A Tabela 3 mostra a composição em ácido graxos do óleo da polpa da Macaúba determinada por diferentes autores.

A presença de ácido linolênico, embora seja ácido graxo essencial, reduz a estabilidade oxidativa do óleo, por causa de sua tripla insaturação, o que pode reduzir o seu tempo de armazenamento. Caso o óleo do mesocarpo seja utilizado para a produção de biodiesel, esse poderá ser mais vantajoso que o óleo de soja, atual base de produção de biodiesel no Brasil, pois será mais estável que o biodiesel produzido pelo óleo de soja, que possui entre 7% e 9% de ácido linolênico. Além disso, o óleo de soja possui grande quantidade de ácido linoleico (53%), quando comparado ao óleo do mesocarpo da Macaúba (8,8% a 18%), que possui dupla ligação, o que também favorece a oxidação por sua dupla insaturação (MOTA *et al.*, 2011).

Tabela 3 - Composição em ácido graxos do óleo da polpa da Macaúba.

Composição de ácidos graxos	Óleo do mesocarpo (%)			
	(A)	(B)	(C)	(D)
Caprílico (C8)	-	-	-	-
Cáprico (C10)	-	-	-	-
Láurico (C12)	-	-	0,39	-
Tridecanoico (C13)	-	-	-	-
Mirístico (C14)	-	0,03	0,38	0,1
Palmítico (C16)	18,70	16,51	24,60	23,6
Palmitoléico (C16:1)	4,00	2,92	4,27	4,7
Margárico (C17)	-	0,05	-	-
Heptadecenóico (C17:1)	-	0,08	-	-
Esteárico (C18)	2,80	2,89	1,08	2,1
Oleico (C18:1)	53,40	67,67	52,57	55,3
Linoleico (C18:2)	17,70	8,82	13,80	12,1
Linolênico (C18:3)	1,50	0,81	2,26	0,7
Araquídico (C:20)	-	0,16	-	0,2
Docosadienóico (C20:2)	-	-	-	0,5
Saturados	21,5	19,64	27,10	26,2
Insaturados	76,6	80,35	72,9	73,4

Fonte: (A) Cetec, 1983; (B) Pimenta *et al.*, 2010; (C) Coimbra e Jorge, 2011a; (D) Ocanha e Ferrari, 2011.

O óleo da polpa da Macaúba possui composição similar ao azeite de oliva, que possui entre 55-83% de ácido oleico e 8-20% de ácido palmítico, podendo vir a substituí-lo na

alimentação humana (NUNES *et al.*, 2015; MOTA *et al.*, 2011), além de possuir grande utilização na indústria de cosméticos (AMARAL *et al.*, 2011).

Ao contrário da polpa, as amêndoas do coco Macaúba podem ser armazenadas durante longos períodos de tempo, sem ocasionar sua deterioração, desde que condicionadas em ambiente adequadamente seco (CETEC, 1983).

O óleo extraído das amêndoas tem o aroma característico, de coloração branca incolor a ligeiramente amarelada (CETEC, 1983). Apresenta elevado teor de ácidos graxos saturados, que varia entre 71,2% e 84,6%. Os principais encontrados são o caprílico (C8), cáprico (C10), láurico (C12) e mirístico (C14), que juntos compõem entre 56% e 71% de todo o óleo da amêndoa, predominando o ácido láurico (C12) que varia entre 39% e 59% (MOTA *et al.*, 2011). Sua riqueza em ácido láurico é uma garantia do seu valor econômico no mercado disputado dos óleos saturados, como o de babaçu e o dendê (CETEC, 1983). Na Tabela 4 é apresentada a composição em ácido graxos do óleo da amêndoa da Macaúba encontrada por diferentes autores.

Tabela 4 - Composição em ácido graxos do óleo da amêndoa da Macaúba.

Composição de ácidos graxos	Óleo da amêndoa (%)			
	(A)	(B)	(C)	(D)
Capróico (C6)	-	-	-	0,3
Caprílico (C8)	6,20	4,15	3,67	3,9
Cáprico (C10)	5,30	4,22	2,79	3,4
Láurico (C12)	43,60	41,42	32,58	38,7
Tridecanoico (C13)	-	0,03		
Mirístico (C14)	8,50	7,98	9,21	8,9
Palmítico (C16)	5,30	5,98	8,25	8,2
Palmitoléico (C16:1)	-	-	-	0,1
Heptadecenóico (C17:1)	-	-	-	-
Esteárico (C18)	2,40	3,38	2,24	2,8
Oleico (C18:1)	25,50	29,22	36,27	29,1
Linoleico (C18:2)	3,30	3,43	3,82	4,4
Araquídico (C:20)	-	0,14	-	0,2
Saturados		67,30	59,92	66,4
Insaturados		32,65	40,09	33,6

Fonte: (A) Cetec, 1983; (B) Pimenta *et al.*, 2010; Coimbra e Jorge, 2011a; Ocanha e Ferrari, 2011.

### 3.3.4 Utilidades da palmeira e aproveitamento industrial da Macaúba

O valor econômico representado pela Macaúba pode ser avaliado em função das amplas possibilidades de seu aproveitamento integral (CETEC, 1983).

As folhas são empregadas como forrageiras aos animais ou como matéria-prima na obtenção de fibras destinadas à produção de linhas, cordas e redes. Os espinhos, duros e resistentes, podem ser utilizados como alfinetes para rendeiras, que também utilizam o endocarpo na confecção dos bilros (CETEC, 1983).

De acordo com Lorenzi (2006) vários destes usos foram referenciados apenas como registro histórico ou em desuso, pela substituição por produtos industrializados ou similares sintéticos, como é o caso do uso das fibras como linha ou dos espinhos como agulhas.

O produto economicamente mais representativo da palmeira é o fruto. Tanto da polpa como da amêndoa podem ser obtidos óleos, e as tortas geradas pela sua extração podem ser usadas como ração animal, devido seu elevado valor proteico, ou ainda como ingredientes de alimentos como bolos e biscoitos. O endocarpo pode ser utilizado como insumo energético para a produção de carvão, e ainda para a produção de carvão ativado.

A exploração industrial do fruto da Macaúba em grande escala tem se dirigido principalmente ao aproveitamento do óleo de polpa visando à produção de biodiesel.

Uma dificuldade que a Macaúba apresenta está ligada a colheita do fruto, que quando maduro desprende-se do cacho e cai no chão. Ao entrar em contato com o solo, o fruto sofre contaminação por microrganismos e conseqüente deterioração e alteração em praticamente todas as partes (Figura 7), o que compromete a qualidade do óleo (MOTA *et al.*, 2011).

Além dos microrganismos presentes no solo, os frutos da macaúba também estão sujeitos à contaminação de microrganismos associados à própria planta. A biodiversidade microbiana presente em frutos depende de fatores ambientais da região onde se encontram como umidade, temperatura e população do solo, além das propriedades físico-químicas de cada espécie de fruto (DIAS, 2012).



Figura 7 - Qualidade dos frutos da Macaúba coletados em diferentes situações: A, B – Frutos com ataque de fitopatógenos; C, D – Frutos coletados no chão.

Fonte: Mota et al, 2011.

Os frutos da Macaúba, coletados diretamente do solo, apresentam quase sempre uma contaminação por microbiota variada que atinge a polpa do fruto, seja pela ruptura do epicarpo durante sua queda no chão, seja pelo pedúnculo do coco. Dessa maneira a polpa do coco, exposta diretamente à atmosfera e umidade é susceptível ao ataque de fungos e bactérias, sofrendo a ação das enzimas lipolíticas que hidrolisam os glicerídeos liberando ácidos graxos (CETEC, 1983).

O aumento dos ácidos graxos livres, devido às reações de hidrólises pelas lipases, resulta no processo de acidificação do óleo. Sabe-se que as lipases são enzimas que podem estar naturalmente presentes nas plantas e nas sementes ou podem ser produzidas por microrganismos (ARAÚJO, 2001a). No entanto, as lipases envolvidas no processo de acidificação do óleo da polpa da Macaúba ainda são muito pouco estudadas. Com o objetivo de avaliar as causas da acidificação do óleo da polpa da Macaúba, CAVALCANTI-OLIVEIRA *et al.* (2015) avaliaram a presença de lipases produzidas pela própria Macaúba e produzidas por microrganismos contaminantes. Os resultados obtidos pelos autores sugeriram que nenhuma lipase natural da planta estava envolvida na hidrólise do óleo. Por outro lado, foram isolados cinco diferentes fungos produtores de lipases, o que sugere que o óleo da polpa da Macaúba é hidrolisado por lipases produzidas por microrganismos, sendo então

necessária a investigação de diferentes métodos para controlar o crescimento microbiano a fim de impedir a acidificação do óleo.

A etapa de pós-colheita do fruto é ainda muito pouco estudada e a extração do óleo é feita aplicando-se tecnologias adaptadas de outras oleaginosas. Estes fatores contribuem para a baixa qualidade do óleo comercializado no cerrado brasileiro (SILVA, 2009). Pesquisas sobre conservação pós-colheita do fruto da Macaúba tem sido publicadas recentemente. Alguns métodos químicos e físicos de conservação tem sido estudados como o uso de soluções com diferentes pH, uso de autoclave e pasteurização (CAVALCANTI-OLIVEIRA *et al.*, 2015), além de radiação gama e secagem em estufa por quatro ou oito dias (MARTINS, 2013). Apesar de alguns dos tratamentos terem auxiliado na preservação da qualidade do óleo, nem sempre apresentam baixo custo operacional e de investimento.

O extrativismo em populações silvestres ainda é a única forma de obtenção da Macaúba, sendo este processo realizado geralmente por agricultores/catadores, que vivem nas áreas de ocorrência natural da espécie (LORENZI *et al.*, 2011).

Atualmente a cadeia produtiva da Macaúba está em processo de reestruturação. No estado de Minas Gerais, o elo de produção agrícola da Macaúba tem se sustentado principalmente em dois segmentos: o extrativismo de maciços naturais e a implantação de plantios comerciais da espécie (MOREIRA E SOUZA, 2009).

Apesar de o extrativismo apresentar como característica a disponibilidade dos frutos para colheita imediata, uma vez que os macaubais nativos já se encontram em produção, apresentam alta variabilidade na qualidade da matéria-prima e produção variando ao longo dos anos, resultando em sazonalidade na sua oferta (MOREIRA E SOUZA, 2009).

Os produtos e coprodutos da Macaúba são extremamente versáteis, atendendo aos principais mercados consumidores: indústria alimentícia, indústria cosmética e de higiene pessoal, siderúrgica e metalúrgica, indústria química e farmacêutica. Entretanto, a ausência de escala de produção e de fornecimentos são entraves para o mercado ainda não utilizar esses produtos, o que pode ser contornado com os plantios comerciais (ARAÚJO, 2011b).

Os plantios comerciais da espécie ainda estão em fase de implantação, com produção estimada dentro de cinco a sete anos. As principais vantagens deste segmento são o maior número de indivíduos por hectare e a padronização das linhas de cultivo, esperando assim, que os plantios apresentem menor variabilidade na qualidade dos frutos que os maciços naturais (MOREIRA E SOUZA, 2009).

### 3.3.5 A Macaúba e os microrganismos associados

A maioria dos estudos realizados com a Macaúba tem focado em aspectos da estrutura genética das populações naturais, manejo, técnicas de cultivo e produção, caracterização e produção de óleos, sendo que pouca atenção tem sido dada à diversidade e ao papel da microbiota associada à palmeira. Segundo Resende (2014) os trabalhos na literatura que investigam a diversidade e o papel dos microrganismos associados à palmeira Macaúba são escassos. Porém o estudo da biodiversidade associada à Macaúba, e do potencial de produção de metabólitos secundários e enzimas pela microbiota associada poderá ser útil para a determinação dos fatores que afetam a qualidade do fruto durante o período de pós-colheita e para obtenção de enzimas de uso industrial.

Os microrganismos associados às plantas podem colonizar os tecidos internos (endofíticos) ou apenas a superfície dos órgãos vegetais (epifíticos), sendo que o termo endófito tem sido utilizado para descrever microrganismos que se desenvolvem nos tecidos internos da planta, de forma assintomática e sem produção de alterações anormais, em pelo menos uma fase da vida do organismo, diferenciando-os dos fitopatogênicos (SAIKONNEN *et al.*, 2004). Nos órgãos aéreos das plantas (caules, flores, folhas e frutos) apesar de estarem presentes os microrganismos endofíticos e epifíticos, os mais predominantes são os epifíticos (LINDOW e BRANDL, 2003).

Em geral, os microrganismos endofíticos adentram as plantas por aberturas naturais e feridas. Uma das portas de entrada mais utilizadas pelos endófitos são as raízes, mas aberturas naturais, como estômatos e aberturas causadas por insetos e estruturas de fungos patogênicos também são utilizados como porta de entrada. Especialmente em plantas perenes, podem ser causadas feridas como as que fatalmente ocorrem, por exemplo, na época da colheita de frutos, e essas feridas constituem-se em pontos de penetração de endófitos. Também pode ocorrer entrada ativa de endófitos pela produção de enzimas ou estruturas que facilitam a penetração dos microrganismos (AZEVEDO, 1998).

Sabe-se que os microrganismos endófitos ou endofíticos podem produzir toxinas, antibióticos e outros fármacos, fatores de crescimento e muitos produtos de potencial interesse biotecnológico, além de exercerem outras funções de importância para a sobrevivência do hospedeiro (AZEVEDO, 1998). Assim pesquisas com esta finalidade poderiam agregar valor a cadeia produtiva da Macaúba.

### 3.4 Processos industriais para a extração de óleos vegetais

A industrialização das matérias-primas oleaginosas envolve basicamente duas partes importantes: a obtenção do óleo bruto e seus coprodutos, e o refino dos óleos brutos.

#### 3.4.1 Obtenção do óleo bruto

A obtenção do óleo bruto inclui três etapas que são o armazenamento da matéria-prima, a preparação e a extração do óleo bruto (O'BRIEN, 2009).

As condições de armazenamento da matéria-prima refletem diretamente na qualidade e no rendimento do produto final (MORETTO e FETT, 1998). Segundo Oeterrer *et al.* (2006), a ocorrência de oscilações nos valores de umidade e de temperatura durante o armazenamento podem desencadear reações enzimáticas, tais como reações de hidrólise catalisada por lipases, bem como reações de oxidação de natureza enzimática ou não. Essas reações levam à redução da qualidade do óleo a ser extraído, com elevação do quantitativo de ácidos graxos livres ou outros compostos de degradação, tais como os peróxidos.

O óleo vegetal pode ser extraído a partir de grãos e sementes, como ocorre com a soja e girassol, ou a partir de partes carnosas de frutos, como ocorre com a Palma e Macaúba.

Independente do processo de extração utilizado, o preparo da matéria-prima abrange normalmente algumas etapas iniciais antes da extração em si, ou seja, a limpeza, decorticação, trituração, laminação, cozimento, extrusão e secagem a um teor de água adequado (TANDY, 1991). Nem todas essas etapas são seguidas quando o óleo é extraído de partes carnosas, como no caso da Macaúba.

Existem três métodos básicos de extração de óleo, que podem sofrer algumas modificações ou utilizados em combinação entre si: prensa hidráulica, prensa mecânica contínua (também chamada de *expeller*) e extração por solventes. As prensas hidráulicas, que foram muito utilizadas originalmente, estão sendo substituídas pelas prensas mecânicas, que são mais eficientes na extração, mais simples de serem operadas e possuem menor custo de aquisição (PIGHINELLI, 2010).

A escolha do processo de extração depende de fatores como: quantidade de óleo presente na matéria-prima, quantidade de óleo residual na torta que deseja atingir, o capital disponível para o investimento e as restrições de leis ambientais referentes às emissões de compostos orgânicos (O'BRIEN, 2009).

As prensas mecânicas são equipamentos de simples construção e operação, e podem ser adaptadas rapidamente para o processamento de diferentes oleaginosas. A segurança e a simplicidade do processo são as principais vantagens quando comparada aos equipamentos mais eficientes que utilizam da tecnologia de extração por solvente. Além disso, o processo mecânico é conduzido sem uso de produtos químicos, e por ser seguro para o meio ambiente, pode ser instalado em pequenas propriedades rurais. Neste caso, o subproduto da extração mecânica, torta isenta de solventes tóxicos, pode ser usada como adubo, ração animal e até mesmo para alimentação (SINGH e BARGALE, 2000).

Durante a extração por prensagem mecânica, o valor médio do teor de óleo residual na torta é da ordem de 10 a 12% (podendo reduzir em até 6% em prensas mais modernas), enquanto que na extração por solvente, os equipamentos modernos extraem quase todo o óleo, deixando um teor residual menor que 1% (TANDY, 1991). Em oleaginosas com teor de óleo acima de 40% é comum a utilização de processos mistos, em que o óleo residual na torta obtida por prensagem mecânica é extraído por solvente. Isso porque à medida que a concentração de óleo na torta diminui, aumenta-se a energia elétrica necessária para expelir o óleo e a capacidade de prensagem diminui (GUNSTONE, 2005).

Principalmente em função do alto teor de óleo na matéria-prima, dentre os três métodos de extração de óleo citados, a prensagem mecânica é bastante utilizada nas usinas de beneficiamento de frutos da Macaúba (CANO ANDRADE *et al.*, 2006).

A prensa de parafusos, ou *expeller* é um tipo de prensa contínua em que a polpa do fruto ou sementes alimenta um cilindro de paredes espessas contendo um parafuso rotativo polido de tamanho decrescente (BRENNAN *et al.*, 1990).

O óleo, na forma de glóbulos, está presente no interior das células vegetais associado com outros constituintes como proteína e fibras, e circundados por uma membrana chamada de parede celular. A massa de grãos ou de polpa é alimentada continuamente na prensa, onde são comprimidos a alta pressão (4 a 35 MPa) causando a ruptura das paredes celulares, e com isso permitindo que os glóbulos de óleo escapem. Enquanto o óleo é eliminado, a massa de sólidos comprimida segue pelo eixo da prensa sendo descartada ao final do trecho, onde existe uma redução no espaço de saída, chamado de dispositivo de choque (SINGH E BARGALE, 2000).

O consumo de energia, alto e dissipado na fricção, pode aumentar consideravelmente a temperatura do óleo e da torta produzidos (BRENNAN *et al.*, 1990).

Em alguns frutos pode haver problemas com a passagem de partículas finas com o líquido, sendo necessária a clarificação por centrifugação ou filtração (BRENNAN *et al.*, 1990).

O aquecimento é frequentemente empregado para preparar as oleaginosas para a prensagem mecânica contínua, e pode ser feito através do cozimento ou secagem. O processo de aquecimento resulta no rompimento das paredes das células vegetais e na coagulação de proteínas, o que facilita a separação do óleo. Além disso, provoca a insolubilização dos fosfolipídios, o aumento da fluidez do óleo, a destruição de bactérias, bolores e inativação de enzimas (O'BRIEN, 2009).

A secagem auxilia na redução da umidade e no aumento da temperatura do material a ser prensado facilitando assim, sua extração. Dentre todas as operações de pré-tratamento, esta é considerada uma das mais críticas, sendo que sua condução inadequada poderá acelerar o processo de oxidação dos lipídeos comprometendo a qualidade do óleo extraído (SILVA, 2009), uma vez que a secagem acelera as reações de hidrólise dos triglicerídeos, levando à formação de ácidos graxos livres (CARVALHO, 2010).

Segundo Singh *et al.* (2002) maior teor de umidade na matéria-prima influencia na prensagem, pois está relacionado ao aumento da plasticidade e conseqüente redução dos níveis de compressão, contribuindo para menores rendimentos da extração. Ainda de acordo com esses autores, a água atua como lubrificante, sendo assim, elevado teor de umidade resulta em insuficiente fricção durante a prensagem, levando a um menor rendimento de óleo.

O processo de extração do óleo presente na polpa da Macaúba ainda não possui metodologias bem estabelecidas e é feito muitas vezes de forma rudimentar. Algumas usinas de beneficiamento utilizam frutos coletados há bastante tempo e armazenados de forma inadequada, acarretando na redução da umidade da matéria-prima. Dessa forma, esses frutos secos, costumam ser despulpados com a própria casca, e o material resultante (polpa + casca) é prensado sem passar por nenhum tratamento térmico. Entretanto, é possível encontrar na literatura diversos trabalhos de pesquisa em que o fruto da Macaúba é descascado, despulpado, e a polpa (sem a casca) passa por uma secagem antes de ter o óleo extraído, sendo utilizadas para isso, diversas combinações de tempo e temperatura de secagem.

Como exemplos de diferentes combinações de tempo e temperatura de secagem encontrados na literatura sobre o processamento da Macaúba, Nunes *et al.* (2015) secou os frutos da Macaúba em secador por convecção a 80°C por 7 horas e só depois despulpou e extraiu o óleo em prensa do tipo *expeller*, sendo que esta condição foi anteriormente determinada como a melhor combinação de tempo e temperatura para obtenção de óleo de

qualidade. Em estudo realizado para verificar parâmetros de qualidade do óleo obtido da polpa da Macaúba, Pimenta *et al.* (2010) despolpou os frutos manualmente após 2 dias de queda e a polpa foi seca em estufa a 60°C por 48 horas, e então triturada para se proceder a prensagem, procedimento que resultou em um óleo com baixa acidez, em torno de 1%.

### 3.4.2 Refino do óleo bruto

Óleo vegetal bruto contém impurezas como ácidos graxos livres, fosfolipídios, hidroperóxidos, traços de metais e pigmentos que limitam a conservação e o uso dos óleos. O refino torna-se então, indispensável para fornecer aos consumidores produtos atrativos e com uma vida útil longa (NGUETNKAM, 2008).

Nunes (2013) relata que, embora exista o consumo de óleos brutos, como o azeite de oliva e o de dendê, a maior parte da produção de óleos brutos é destinada ao refino, visando atender às especificações requeridas pelo mercado consumidor e órgãos regulamentadores.

Ressalta-se que, a finalidade do refino é separar as substâncias indesejáveis dos óleos brutos que possam afetar as propriedades sensoriais e a estabilidade através da remoção dos seguintes componentes (MANDARINO e ROESSING, 2001):

- Substâncias coloidais, proteínas, fosfatídeos e produtos de sua composição;
- Ácidos graxos livres e seus sais, ácidos graxos oxidados e polímeros;
- Corantes naturais como a clorofila e carotenoides;
- Substâncias voláteis como hidrocarbonetos, álcoois, aldeídos, cetonas e ésteres de baixo peso molecular;
- Substâncias inorgânicas como os sais de cálcio, metais, silicatos, fosfatos, dentre outros minerais;
- Água.

Óleos vegetais bruto são refinados por processo físicos ou químicos. No refino químico, os ácidos graxos livres são neutralizados com solução alcalina, usualmente o hidróxido de sódio, enquanto que no refino físico os ácidos graxos livres são removidos por destilação durante a desodorização (O'BRIEN, 2009).

O refino químico é o método tradicionalmente utilizado, principalmente porque os custos energéticos são menores e o processo é mais flexível relativamente ao tipo e qualidade

do óleo a processar (OLIVEIRA, 2012), sendo também o mais indicado para óleos com altos níveis de fosfolipídios (GUSNTONE, 2004).

As principais etapas do refino são: degomagem ou hidratação, neutralização ou desacidificação, branqueamento ou clarificação e desodorização (MORETTO e FETT, 1998).

#### 3.4.2.1 Degomagem

A degomagem é a primeira etapa do processo de refino do óleo bruto, e é crucial para o refino físico, porém opcional para o refino químico. Consiste no tratamento do óleo bruto com água, soluções salinas, enzimas ou ácidos diluídos, como o fosfórico, cítrico, ou maleico, para remover os fosfolipídios, também chamados de fosfatídeos, e outras impurezas (O'BRIEN, 2009).

A degomagem converte os fosfolipídios em gomas hidratadas que são insolúveis em óleo e facilmente separadas por sedimentação, filtração ou centrifugação (O'BRIEN, 2009).

As principais razões que levam a degomagem do óleo bruto são:

- Produção de lecitina, coproduto com alto valor comercial devido a sua excelente ação emulsificante;
- Remoção de impurezas (fosfatídeos, proteínas, substâncias mucilaginosas) que podem se precipitar durante o período de estocagem (O'BRIEN, 2009; VIEIRA *et al.*, 2009).

Os fosfolipídios estão presentes no óleo na forma hidratável ou não hidratável. A forma não hidratável ocorre quando os fosfolipídios estão ligados com cálcio, magnésio e sais de ferro e precisam ser tratados com ácido para serem convertidas em gomas hidratáveis. Os fosfolipídios hidratáveis são prontamente removidos pela adição de água (DUMONT e NARINE, 2007).

O processo de degomagem se baseia na afinidade dos fosfolipídios pela água. Quando em contato com a água, as moléculas de fosfolipídios formam micelas, onde as partes polares hidrofílicas distribuem-se nas extremidades, enquanto que as partes hidrofóbicas ficam no interior da micela, tornando-os solúveis no meio aquoso e podendo ser removidos na centrifugação (NUNES, 2013).

O método de degomagem mais utilizado consiste na adição de 1% a 3% de água ao óleo bruto aquecido a 60° - 70°C, sob agitação constante, durante 20 a 30 minutos. O precipitado formado é removido do óleo por centrifugação. As gomas obtidas contêm 50% de

umidade, e são secas sob vácuo (aproximadamente 100 mmHg absoluto) à temperatura de 70°C a 80°C para ser comercializadas (MORETTO e FETT, 1998).

O produto denominado lecitina comercial, é extraída nessa etapa, e consiste em cerca de 60% da mistura de fosfatídeos (lecitina, cefalina e fosfatidil-inositol), 38% de óleo e 2% de umidade (MORETTO e FETT, 1998).

Os fosfatídeos não hidratáveis na presença de água poderão ser removidos do óleo bruto através da adição de 0,1- 0,4% de ácido fosfórico numa concentração de 85% (MANDARINO e ROESSING, 2001).

Enquanto que o processo de degomagem com água remove usualmente de 70% a 80% dos fosfatídeos presentes no óleo bruto, o tratamento com ácido fosfórico permite a remoção de 90% das gomas, mas a lecitina resultante é impura (MANDARINO e ROESSING, 2001). Assim, apesar da degomagem aquosa remover uma quantidade menor de fosfolipídios, este processo é considerado adequado ao óleo que sofre uma refinação química, pois nesse caso existe a alternativa dos fosfolipídios não hidratáveis serem removidos com a borra durante a neutralização dos ácidos graxos livres em presença do hidróxido de sódio (PANSERA, 2012).

Com o objetivo de estudar a eficiência entre as técnicas de degomagem ácida e aquosa no tratamento de óleos vegetais destinados à produção de biocombustíveis, Morais *et al.* (2012) relatam que, em termos dos parâmetros custo-benefício, é aconselhável tratar a matéria-prima oleaginosa pela técnica de degomagem aquosa desde que seja utilizada a neutralização dos ácidos graxos livres com a consequente eliminação dos fosfatídeos hidrofóbicos na borra.

Durante a otimização da degomagem aquosa de óleo de arroz, Indiara *et al.* (2000) verificaram que as condições ótimas, ou seja, que correspondem ao maior conteúdo de fosfolipídio na goma, são os processos realizados entre 68 -73° C com a adição de 4 % de água.

#### 3.4.2.2 Neutralização

Uma das características físico-químicas de extrema importância em óleos é a acidez. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2005), através da resolução RDC n°. 270 de 22 de setembro de 2005 fixa que os óleos prensados a frio e não refinados devem conter acidez no máximo de 4,0 mg KOH/g e para os óleos e gorduras refinados a acidez máxima permitida é de 0,6 mg de KOH/g.

O nível de acidez é um fator importante a ser estudado em oleaginosas destinadas a produção de biodiesel, uma vez que a presença de ácidos graxos livres tem efeitos significativos sobre a transesterificação alcalina, que é o método de produção mais utilizado para a obtenção deste biocombustível (GOODRUM, 2002). Elevado índice de acidez no óleo, maior que 1% em massa, provoca a formação de sabão, o que atrapalha o processo de separação do biodiesel do excesso de álcool e glicerina, pois propicia a formação de emulsões, resultando em baixa produtividade e alta acidez do biodiesel produzido (CRABBE *et al.*, 2001).

Na indústria alimentícia e farmacêutica, a elevada acidez compromete o processamento e a qualidade final do óleo, uma vez que provoca profunda modificação da fração lipídica, proporcionando alterações sensoriais (NUNES, 2013).

O processo de neutralização de óleos vegetais consiste na adição de uma base forte ao óleo bruto, com o intuito de diminuir ao máximo a quantidade de ácidos graxos livres. A base reage com os ácidos graxos livres convertendo-os em sabão, como representado na Figura 8 (ZUMACH *et al.*, 2012).

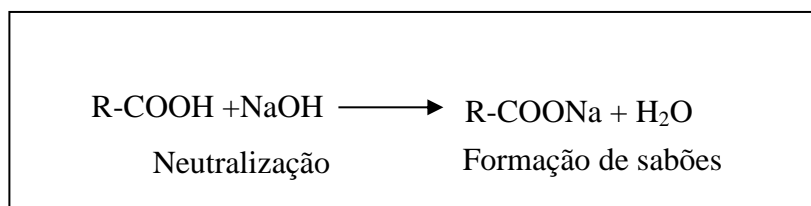


Figura 8 - Processo de neutralização dos ácidos graxos.

Fonte: Nunes, 2013.

Além da formação de sabão, durante a neutralização os fosfolipídios e gomas absorvem o álcali e são coagulados através de hidratação, e os compostos coloridos são degradados, absorvidos pelas gomas e solubilizados em água (O'BRIEN, 2009).

O álcali mais utilizado na neutralização dos óleos vegetais é a soda cáustica diluída, sendo que a escolha da concentração da solução depende de fatores como tipo de óleo e quantidade de ácidos graxos livres (LOPES, 2008).

Alguns valores de concentrações da solução de hidróxido de sódio e outros parâmetros de neutralização comumente utilizados são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros de neutralização do óleo.

% de ácidos graxos livres	Concentrações de soluções de hidróxido de sódio			Temperatura final do óleo
	%	mol/L	° Bê	°C
1 - 1,5	3 - 5	0,75 - 1,25	5 - 8	90 - 95
1,5 - 3	5 - 10	1,25 - 2,5	8 - 15	65 - 70
3	12 - 18	3,0 - 4,5	18 - 25	50 - 55

Fonte: Adaptado de Moretto e Fett, 1998.

Com o aquecimento e tempo, o excesso de solução cáustica pode levar à saponificação do óleo neutro, e por isso, a concentração da solução de NaOH, tempo de mistura, temperatura e a quantidade de excesso cáustico são fatores importantes para a eficiência e efetividade do processo (O'BRIEN, 2009).

Em ensaios de neutralização do óleo da polpa da Macaúba, Pimenta *et al.* (2012) utilizou diferentes combinações de tempo de contato (5 e 15 min), temperatura (60 e 80° C) e um excesso (30%) de solução de NaOH. Os autores verificaram que nas condições em que os testes foram realizados, os parâmetros excesso de base, tempo de contato e temperatura do processo não influenciaram significativamente na acidez final do óleo que variou de 0,30 a 0,38 g/100g em ácido oleico.

Após o processo de neutralização, o excesso de álcali é retirado mediante lavagem com água e posterior secagem. A separação da água ocorre em centrífugas e o conteúdo residual em secagem a vácuo (CORREA, 2009).

#### 3.4.2.3 Clarificação ou branqueamento

O objetivo principal da clarificação é a remoção de pigmentos para obtenção de óleos claros, sendo este um dos atributos sensoriais desejados pelos consumidores. Além da despigmentação, este processo tem também como objetivo a remoção de vários outros constituintes (produtos de oxidação, fosfolipídios, traços de metal e sabão), que é crucial e essencial para a manutenção da qualidade do óleo. As impurezas dificultam a filtração, podem envenenar os catalisadores da hidrogenação, escurecem o óleo e afetam o sabor do produto final (KAYNAK, 2004; O'BRIEN, 2009).

Ainda, segundo OLIVEIRA (2001), muitas das substâncias naturalmente presentes nos óleos brutos agem como agentes catalíticos de reações indesejáveis, como a oxidação do óleo,

interferindo negativamente nas características sensoriais apropriadas para seu consumo. Sem a etapa de clarificação, as etapas posteriores, como a desodorização e hidrogenação, podem ser fortemente comprometidas.

CARDELLO *et al.* (1995) relatam que, apesar do processo de degomagem remover certa quantidade de pigmentos no óleo, e da neutralização com álcalis também exibir um efeito branqueador em razão de coagulação química, o consumidor exige óleos e gorduras claros, o que é alcançado pela adsorção dos pigmentos corantes com argilas clarificantes, naturais ou ativadas (NUNES *et al.*, 2015; AISHAT *et al.*, 2015).

O processo de remoção de pigmentos e impurezas durante o branqueamento é baseado em vários mecanismos de adsorção. Parte dos pigmentos que dão cor ao óleo são fisicamente adsorvidos pelas argilas clarificantes por meio de forças de atração da superfície, as chamadas forças de “Van der Waals”. Outros componentes são quimicamente ligados à superfície das argilas clarificantes por ligações do tipo covalente ou iônica. Parte das impurezas é removida por aprisionamento de suas moléculas nos poros da argila. Durante o branqueamento, alguns componentes minoritários são quimicamente alterados devido à atividade catalítica de algumas argilas. Um exemplo típico é a decomposição de hidroperóxidos (GIBON *et al.*, 2007).

A adsorção é influenciada pelo tamanho da partícula que se deseja adsorver como também pela área superficial e pelo tamanho dos poros dos adsorventes (PANSERA, 2012). A escolha do adsorvente mais eficiente e econômico deve ser baseada em uma meticulosa investigação em escala de laboratório (MORETTO e FETT, 1998).

Para que o adsorvente seja utilizado de forma eficiente, substâncias como goma e sabão devem ser removidas na fase de degomagem e neutralização, caso contrário estas partículas também irão competir por um espaço na superfície do adsorvente (PANSERA, 2012).

Os adsorventes utilizados na clarificação de óleos são predominantemente argilas (ou terras) naturais ou ativadas obtidas mediante tratamento ácido, silicatos de alumínio ou magnésio hidratados e, em menor escala, carvão ativado, podendo-se ainda usar uma combinação de carvão ativado e argila clarificante. Esses compostos possuem a característica de adsorver em sua superfície substâncias coloidais suspensas (CARDELLO *et al.*, 1995).

A principal diferença entre a terra natural e ativada é que em suspensão aquosa a terra natural é ligeiramente ácida ou neutra, enquanto a terra ativada é bastante ácida. Outra diferença está na área superficial específica. Enquanto a terra não ativada tem uma área

superficial específica de 40-160 m<sup>2</sup>/g, a terra ativada possui entre 150-350 m<sup>2</sup>/g (ZSCHAU, 2001).

O carvão ativado é eficiente na remoção de sabões e pigmentos, especialmente a clorofila, porém ele é bem mais caro e retém mais óleo que as terras clarificantes (LOPES, 2008). Quando se usa uma mistura de carvão ativado e terra ativada, a quantidade de carvão em relação à quantidade de terra deve estar na faixa de 5 a 10%. Carvões ativados obtidos a partir de materiais carbonáceos, como cascas de grãos e cereais, são adicionados a argilas clarificantes porque eles são altamente seletivos aos fosfolipídios, deixando assim, os sítios de adsorção na argila livre para a adsorção de pigmentos. O carvão ativado também possui uma alta capacidade de adsorção de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos, já as argilas ativadas não possuem a mesma eficiência na adsorção (OMAR *et al.*, 2003)

Omar *et al.* (2003) avaliaram a utilização de carvão ativado fabricado a partir de cascas de algodão, amendoim, girassol, soja e tremoço, no branqueamento de óleo de soja bruto por diferentes métodos de ativação (carbonização, vapor e ativação ácida). O branqueamento foi realizado a vácuo a 100 °C durante 20 min, utilizando 2,0% de carvão ativado e o efeito do branqueamento foi avaliado através da determinação de ácidos graxos livres, redução do valor de peróxido, remoção de fosfolipídio, capacidade de branqueamento e estabilidade oxidativa dos óleos branqueados. Os resultados revelaram que o clareamento com as cascas carbonizadas forneceu óleos com menor teor de ácidos graxos livres e maior estabilidade oxidativa enquanto que a ativação ácida das cascas rendeu óleos com menor teor de peróxidos, fosfolipídios e melhor cor.

Diante dos resultados obtidos por Omar *et al.* (2003) surge a possibilidade de verificar o efeito do uso do carvão ativado do endocarpo da Macaúba como agente clarificante no processo de branqueamento do óleo da polpa deste fruto.

Após a neutralização e lavagem, o óleo contém umidade mesmo quando submetido à centrifugação. O óleo não pode ir para a etapa de desodorização com resíduo de água para evitar reações de oxidação e, além disso, a ação da terra clarificante é mais eficiente em meio anidro. Geralmente o óleo neutralizado é seco no clarificador a temperatura de 80-90°C sob vácuo de 30 mmHg durante 30 minutos. Esse processo de secagem é considerado como a primeira etapa do processo de clarificação (LOPES, 2008).

O processo de clarificação do óleo consiste na mistura da terra clarificante e de óleo, que devem ser agitados adequadamente sob temperatura elevada e por um período de tempo adequado, seguida da remoção da argila por filtração ou centrifugação (RICHARDSON, 1978).

Para que a terra ou argila clarificante funcione satisfatoriamente, ela deve ser misturada intimamente com o óleo, sendo que este contato deve ser mantido durante todo o processo. Em processos realizados sob pressão atmosférica, a agitação deve ser suficiente para manter a argila em suspensão, mas não deve ser muito forte ao ponto de permitir a mistura do ar com o óleo, causando sua oxidação. Em processos utilizando vácuo, os efeitos da oxidação são desprezíveis e a agitação é geralmente mais vigorosa (RICHARDSON, 1978).

A temperatura ótima utilizada na clarificação depende do tipo de óleo e da pressão em que o processo é realizado (pressão atmosférica ou sob vácuo). Nos processos utilizando vácuo, a temperatura necessária para atingir a remoção ótima de cor é mais baixa que nos processos a pressão atmosférica (RICHARDSON, 1978).

Geralmente, a atividade da argila aumenta à medida que a temperatura aumenta. No entanto, o aumento da temperatura pode levar a um aumento do percentual de ácidos graxos livres, o que diminui a qualidade do óleo. Sendo assim, as temperaturas utilizadas no processo devem ser as mais baixas possíveis para minimizar o aumento dos ácidos graxos livres, mas elevadas o suficiente para resultar na cor desejada (RICHARDSON, 1978). A remoção da cor, no geral, também aumenta à medida que o tempo de permanência na temperatura ideal aumenta, no entanto, o tempo de 20 minutos é o mais utilizado na prática (RICHARDSON, 1978). Geralmente, a clarificação é realizada em uma faixa de temperatura entre 80-120 °C, e o tempo de contato entre o óleo e a terra de branqueamento não deve exceder a 20 min a 100 °C para evitar reações indesejadas (DIDI *et al.*, 2009). Segundo Zanotta (1999), o tempo de clarificação não deve exceder 30 minutos, pois após este período, a redução na concentração de pigmentos é muito pequena, e se o tempo de contato com a terra for muito prolongado, verifica-se um escurecimento do óleo devido à oxidação e alteração da estrutura do pigmento.

De acordo com Zschau (2001) a quantidade de terra clarificante necessária depende do tipo de terra e da qualidade do óleo. Para uma ampla variedade de óleos utilizam-se concentrações entre 0,1 a 2,0% de terra clarificante, mas esse valor pode aumentar para 5% em alguns casos especiais.

Segundo Gibon *et al.* (2007) a etapa do branqueamento é de longe o processo mais caro no refino, devido não só ao custo relativamente elevado das argilas de branqueamento, mas também às perdas de óleo no processo. Ainda, rigorosas regulamentações ambientais forçam as refinarias a reduzir tanto quanto possível a geração dos resíduos sólidos. Nesse sentido, vários processos de branqueamento estão sendo desenvolvidos para reduzir o consumo de terra.

A indústria utiliza o mínimo de terra possível, de acordo com as necessidades de cada matéria prima, com o objetivo de se alcançar a cor padrão do óleo. Na literatura foram encontrados poucos estudos sobre o refino do óleo da polpa da Macaúba, sendo que em um protocolo de refino de óleo de polpa da Macaúba estabelecido por Nunes (2013) a etapa de branqueamento foi realizada utilizando 10% de terra ativada. A proporção de terra utilizada por Nunes (2013) foi acima dos valores encontrados na literatura para diversas oleaginosas, surgindo a possibilidade de um estudo para avaliar o efeito de diferentes temperaturas e quantidade de terra clarificante.

Silva *et al.* (2013) avaliou a adsorção de carotenoides e fósforo no óleo de palma utilizando uma terra clarificante comercial que sofre ativação ácida, variando a concentração de adsorvente (0,5-3,0%) e a temperatura (90, 105 e 115 °C). Houve uma melhor remoção, tanto dos carotenoides quanto do fósforo, quando se utilizou quantidades maiores de terra. Conclui-se também, que a temperatura influenciou na remoção dos carotenoides, sendo que o aumento da temperatura favorece essa remoção. No caso de adsorção do fósforo, a influência da temperatura no percentual de remoção é menos importante, com valores semelhantes de percentual removido nas temperaturas investigadas.

#### 3.4.2.4 Desodorização

A última etapa do refino de óleo é a desodorização, que visa à eliminação de compostos voláteis que atribuem sabor e odor desagradáveis ao óleo, que surgem em geral quando de seu aquecimento (NUNES, 2013; LOPES, 2008).

Durante essa etapa, são removidas as seguintes substâncias (MORETTO E FETT, 1998):

- Compostos desenvolvidos durante armazenagem e processamento das sementes e óleos, tais como, aldeídos, cetonas, ácidos graxos oxidados, produtos de decomposição de proteínas, carotenoides, esteróis, fosfatídeos e outros;
- Substâncias naturais presentes nos óleos, tais como, hidrocarbonetos insaturados e ácidos graxos de cadeia curta e média;
- Ácidos graxos livres e peróxidos.

A desodorização consiste na destilação com corrente de vapor, no qual as substâncias voláteis são removidas em alto vácuo. O processo ocorre pela combinação de alta temperatura com baixa pressão absoluta, o que favorece a aceleração da destilação, protegendo o óleo da

oxidação atmosférica, prevenindo a hidrólise do óleo pela ação do vapor e diminuindo a quantidade de vapor necessária (OETERRER *et al.*, 2006).

### 3.5 Alterações químicas nos óleos

Os óleos podem sofrer transformações químicas tanto durante o armazenamento como durante o processamento. A degradação dos lipídios pode ser ocasionada por várias reações como a hidrólise, oxidação, polimerização e pirólise (CICONINI, 2012). No entanto, as transformações mais importantes são a rancidez hidrolítica e a rancidez oxidativa, que resultam em alterações dos principais parâmetros de qualidade como cor, produção de compostos voláteis responsáveis pela formação de sabores e odores estranhos (*off flavors e off odors*). Afetam também o valor nutritivo, pela inativação de vitaminas (A, D, E, K e C), além da modificação na estrutura de ácidos graxos essenciais, clorofila, carotenos, aminoácidos, proteínas e enzimas (ARAÚJO, 2011a; MORETTO E FETT, 1998). Desta forma, o conhecimento dos mecanismos das reações e formas de controle são de suma importância.

#### 3.5.1 Rancidez hidrolítica

A rancidez hidrolítica é o processo de hidrólise dos triglicerídeos por enzimas (lipases) naturais ou produzidas por bactérias ou fungos contaminantes, ou pela combinação do calor e umidade (hidrólise física), que tem como resultado a liberação de ácidos graxos (ARAÚJO, 2011a, DAMODARAN *et al.*, 2010). Um elevado teor de ácidos graxos livres em óleos e gorduras não só causa aumento das perdas, como também é um indicador de sua baixa qualidade, do manuseio e armazenamento impróprios ou de uma extração em condições inadequadas (CARVALHO, 2010).

A hidrólise não enzimática de lipídios é muito lenta, exceto quando estes são aquecidos na presença de água à temperatura elevada, durante tempo de aquecimento elevado (ARAÚJO, 2011a), como por exemplo, durante a secagem.

Os ácidos graxos livres são virtualmente inexistentes no tecido vivo, entretanto podem ser liberados pela ação enzimática após a morte do tecido ou a colheita, caso essa enzima não seja inativada. Os efeitos da reação de hidrólise podem ser minimizados pelo armazenamento a frio e, ou pela esterilização. Ainda, com a trituração ou maceração do tecido animal ou vegetal, a lipase é liberada e atuará nos lipídios, liberando ácidos graxos. Em cereais e

derivados, a hidrólise pode ocorrer no armazenamento inadequado, nas operações de processamento e no produto final (ARAÚJO, 2011a).

O resultado da hidrólise pode ser manifestado de diversos modos como formação de sabores estranhos, aumento da acidez e redução do pH e aumento na sensibilidade dos ácidos graxos à oxidação (ARAÚJO, 2011a).

### 3.5.2 Rancidez oxidativa

O termo oxidação de lipídios refere-se a uma série extremamente complexa de reações químicas, envolvendo ácidos graxos insaturados e oxigênio, podendo ocorrer por mecanismos químico e enzimático: auto-oxidação, fotoxidação e lipoxigenase (DAMODARAN *et al.*, 2010; ARAÚJO, 2011a).

Durante a oxidação de lipídios, diversas reações de decomposição ocorrem simultaneamente, levando à formação de misturas complexas de produtos, incluindo aldeídos, cetonas, álcoois e hidrocarboneto. Vários desses produtos são voláteis, e por isso contribuem com o odor característico associado à oxidação de lipídios (ARAÚJO, 2011a).

Segundo Wanasundra e Shahidi (2005), a auto-oxidação é o principal mecanismo de oxidação dos óleos e gorduras, consistindo na deterioração oxidativa de ácidos graxos através de um processo autocatalítico mediado por radicais livres. Ocorre quando o oxigênio atmosférico ou dissolvido na amostra encontra os segmentos mais reativos da molécula do triglicerídeo, que são a dupla ligação e o respectivo carbono  $\alpha$ -metilênico dentro da cadeia do ácido graxo (OETTERER *et al.*, 2006). A auto-oxidação de lipídios insaturados é uma reação de radicais livres em cadeia, iniciada com sua formação a partir de um ácido graxo insaturado, podendo ser dividida em três diferentes estádios: *inicial*, *de propagação* e *terminal* (Figura 9).

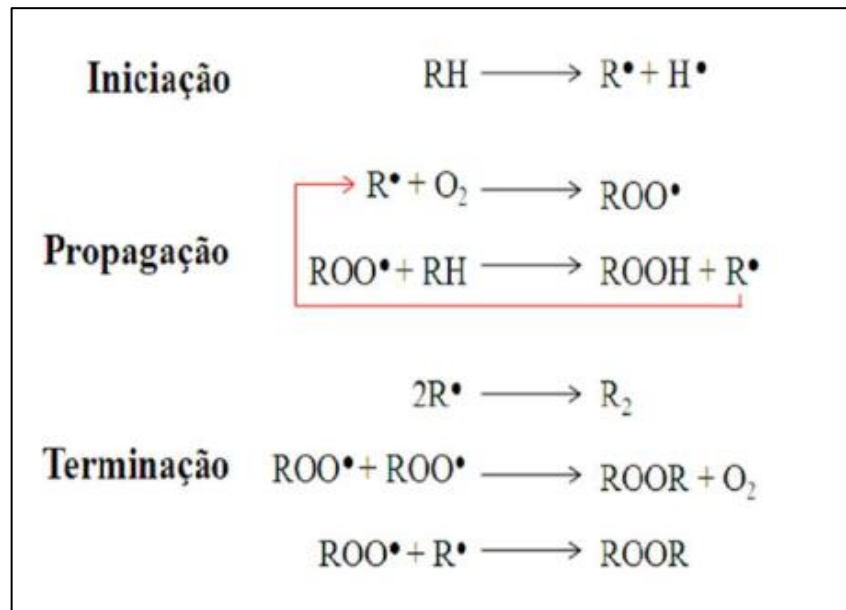


Figura 9 - Auto-oxidação de lipídios insaturados (RH – ácido graxo insaturado;  $R^\bullet$  – radical livre;  $ROO^\bullet$  – radical peróxido e ROOH – hidroperóxido).

Fonte: Ramalho e Jorge, 2006.

A reação inicial ocorre quando o átomo de hidrogênio é removido do grupo metileno (-CH = CH - CH<sub>2</sub>-) do ácido graxo insaturado, formando o radical livre (- CH = CH - CH<sup>•</sup> -). Este processo ocorre a partir de uma variedade de diferentes iniciadores presentes no alimento, incluindo peróxidos, íons metálicos de transição, luz UV e enzimas. Uma vez formado o radical livre, este reage com o oxigênio para formar o radical peroxil (- CH =CH - COO<sup>•</sup> -). Estes radicais são altamente reativos e capazes de remover átomos de hidrogênio de outros ácidos graxos insaturados, propagando, assim, a reação de oxidação. A reação terminal ocorre com a interação de dois radicais livres formando um não radical e, assim, finalizando a sua participação na reação (ARAÚJO, 2011a).

Os primeiros produtos de oxidação, também chamados de produtos primários, são os hidroperóxidos insaturados. Estes sofrem novas reações produzindo os produtos secundários, como aldeídos e cetonas. Os produtos primários de oxidação são compostos intermediários inodoros, que ao se quebrarem em moléculas menores, geram compostos de odor indesejáveis (OETTERER *et al.*, 2006).

A fotoxidação é um mecanismo alternativo não envolvendo a formação de radicais livres, que se inicia pela exposição do alimento à luz na presença de certas moléculas de fotossensores como mioglobina, riboflavina e clorofila. A presença destes nos tecidos animal

e vegetal dá início ao processo de transferência de energia para a reação de formação do peróxido (ARAÚJO, 2011a).

Os fotossensores absorvem a energia luminosa de comprimento de onda na faixa do visível e a transferem para o oxigênio em sua forma mais estável, denominada triplete ( $^3\text{O}_2$ ), gerando o estado singlete ( $^1\text{O}_2$ ), uma espécie altamente eletrofílica, que reage prontamente com as substâncias de alta densidade de elétrons, como as insaturações presentes nos ácidos graxos. O oxigênio singlete reage diretamente com as ligações duplas por adição formando hidroperóxidos diferentes dos que se observam na ausência de luz e de sensibilizadores, e que quando degradados formam aldeídos, álcoois e hidrocarbonetos (ARAÚJO, 2011a; RAMALHO E JORGE, 2006).

O terceiro mecanismo de oxidação, o enzimático, ocorre através da ação da enzima lipoxigenase, de ocorrência em vegetal e animal, que catalisa a oxigenação de alguns ácidos graxos insaturados (linoleico, linolênico e araquidônico) para seus correspondentes peróxidos, durante o armazenamento e processamento. Neste tipo de oxidação, os peróxidos gerados possuem a mesma estrutura daqueles obtidos pela auto-oxidação (ARAÚJO, 2011a).

### 3.5.3 Fatores que aceleram a oxidação

A auto-oxidação dos lipídios em alimentos é autocatalítica e as reações se processam a velocidade acelerada à medida que a oxidação prossegue. A velocidade de oxidação do alimento ou da substância graxa é afetada pela composição em ácidos graxos, pelo grau de insaturação, pela presença e atividade pró-oxidantes, pela pressão parcial de oxigênio, pela natureza da superfície exposta ao oxigênio, pelas condições de armazenagem (temperatura, luz e umidade), e pelo aporte energético em geral. Como há ação simultânea, é difícil avaliar o efeito de um fator específico no processo de oxidação. Dessa forma, a velocidade de instalação e o desenvolvimento da auto-oxidação podem variar consideravelmente (OETTERER *et al.*, 2006).

Quanto maior for o grau de insaturação do ácido graxos componente do triglicerídeo, maior será a intensidade da oxidação. Por exemplo, o ácido linoleico e linolênico, que possuem duas e três duplas ligações, respectivamente, é oxidado com velocidades maiores que o ácido oleico, com uma dupla ligação (OETTERER *et al.*, 2006). Além disso, os ácidos graxos oxidam mais rápido quando livres do que na forma esterificada (ARAÚJO, 2011a).

Segundo Araújo (2011a), os principais fatores que afetam a aceleração da reação de oxidação são calor, luz, reações de ionização, traços de metais (ferro e cobre), metaloproteínas e a presença da lipoxigenase.

A maioria das reações químicas aumenta com a elevação da temperatura (calor) e, portanto com o tratamento térmico. Segundo Oetterer *et al.* (2006) a variação de temperatura afeta a cadeia de formação de hidroperóxidos e sua decomposição, sendo que a cada 15°C de aumento da temperatura a velocidade da reação dobra. Em processos de secagem, (desidratação), ocorrem três eventos simultâneos: as moléculas componentes dos alimentos se aproximam, aumentando a probabilidade de interação entre elas; há a remoção da água do alimento, acarretando na formação de microcapilares que facilita o acesso físico do oxigênio atmosférico no produto; há o aumento da sensibilidade química dos componentes do meio, devido à remoção da água de hidratação protetora dos sítios reativos. Todos esses processos levam a aceleração da oxidação (ARAÚJO, 2011a).

Traços de metais são normalmente encontrados em alimentos (livres e ligados) ou oriundos de equipamentos utilizados no processamento e armazenamento. Íons metálicos de transição (principalmente ferro e cobre) são promotores das reações de formação de radicais livres, em razão da transferência de elétron que ocorre durante a alteração do seu estado de oxidação. Atuam de duas formas: na decomposição de peróxidos e na redução da energia de ativação da reação inicial da oxidação. As metaloproteínas, como as hemoproteínas, são catalisadores que auxiliam no processo de aceleração da rancificação dos lipídios, assim como a luz e o calor (ARAÚJO, 2011a).

## **4 MATERIAL E METODOLOGIA**

Devido à sazonalidade da Macaúba, este trabalho foi realizado utilizando frutos de quatro safras, de 2011 a 2015, e foi dividido em diferentes etapas descritas a seguir.

### **4.1 Caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba (*Acrocomia aculeata*) após diferentes tratamentos pós-colheita e armazenamento**

Para a realização desta primeira etapa do trabalho foram utilizados frutos obtidos em três safras consecutivas 2011/2012, 2012/2013 e 2013/2014.

#### **4.1.1 Avaliação de diferentes tratamentos pós-colheita**

Os frutos da Macaúba foram coletados na safra 2011/2012 no campus da Universidade Federal de Minas Gerais – Belo Horizonte (19° 51'44'' Sul; 43° 56'14 Oeste). Inicialmente foi feito um levantamento, em todo o Campus, das áreas onde havia uma maior quantidade de palmeiras, levando em consideração a quantidade de frutos nos cachos e a proximidade da maturação dos mesmos. Nesta etapa, cinco diferentes palmeiras foram selecionadas e demarcadas.

Com o intuito de impedir a contaminação dos frutos por microrganismos presentes no solo, levando a deterioração e a alteração na qualidade do óleo obtido, desenvolveram-se coletores utilizando canos de PVC e redes de nylon.

Os coletores foram instalados no solo, ao redor de cada palmeira selecionada, de forma que ao cair, devido à maturação, os frutos não tivessem contato com o solo, como mostra a Figura 10.

Foram feitas três coletas, com um espaçamento de sete dias entre as mesmas. Em cada coleta foram recolhidos os frutos dos coletores e os frutos caídos ao chão para verificar se realmente o contato com o solo teria influência na qualidade do fruto e do óleo obtido a partir da polpa do fruto.



Figura 10 - Coletor desenvolvido pelo grupo de pesquisa “Desenvolvimento de processos e produtos do fruto da Macaúba” (DEQ – UFMG).

Os frutos coletados foram separados em seis lotes para verificar o efeito de diferentes tratamentos pós-colheita:

- Lote 0 ou controle - frutos caídos no chão, armazenados sem tratamento prévio (limpeza);
- Lote 1 - frutos caídos no coletor, armazenados sem tratamento prévio (limpeza);
- Lote 2 - frutos caídos no coletor, lavados com água corrente, secos à temperatura ambiente;
- Lote 3 - frutos caídos no coletor, higienizados com solução de hipoclorito de sódio 2 % de cloro ativo (imersão por 15 min);
- Lote 4 - frutos caídos no coletor, secos na estufa a 60 °C por 24 h;
- Lote 5 – frutos caídos no coletor, higienizados com solução de hipoclorito de sódio 2 % de cloro ativo e secos na estufa a 60 °C por 24 h.

A proposta deste trabalho foi a introdução de tratamentos simples e de baixo custo com a finalidade de minimizar o processo de deterioração dos frutos, tendo sido fundamentados pela literatura. O cloro, nas suas várias formas, é o sanificante mais utilizado em alimento e possui um amplo espectro de ação microbicida (BRECHT, 1995). O hipoclorito de sódio corresponde ao sanificante químico de maior utilização em função de sua ação rápida, fácil aplicação e completa dissociação em água (ANTONIOLLI, 2005).

A secagem é o processo mais utilizado para assegurar a qualidade e estabilidade de produtos agrícolas durante o armazenamento. A conservação pela secagem baseia-se no fato de que microrganismos e enzimas, assim como todo mecanismo metabólico, necessitam de

água para suas atividades. Com a redução da quantidade de água disponível é reduzida a atividade de água, o desenvolvimento de microrganismos e a velocidade das reações químicas no produto (GONELI *et al.*, 2007). A temperatura de secagem e tempo de exposição à secagem também podem interferir na eficiência do processo e na qualidade do produto (MARTINS, 2013). A temperatura utilizada para a secagem dos frutos do lote 4 e 5 foi escolhida com base nos resultados de Carvalho (2010), que observou que entre os tratamentos de secagem utilizados, o que utilizou a temperatura de 60 °C apresentou os melhores resultados na conservação do óleo durante o armazenamento dos frutos de Macaúba.

Após os tratamentos, todos os lotes foram armazenados no laboratório à temperatura ambiente, dentro de cestos de plásticos com furos, permitindo uma ventilação natural. As condições climáticas (temperatura e umidade relativa) da região de Belo Horizonte durante o período que os frutos ficaram armazenados podem ser vistas no Apêndice A.

O fluxograma da Figura 11 mostra o esquema simplificado da metodologia de coleta e armazenamento dos frutos.

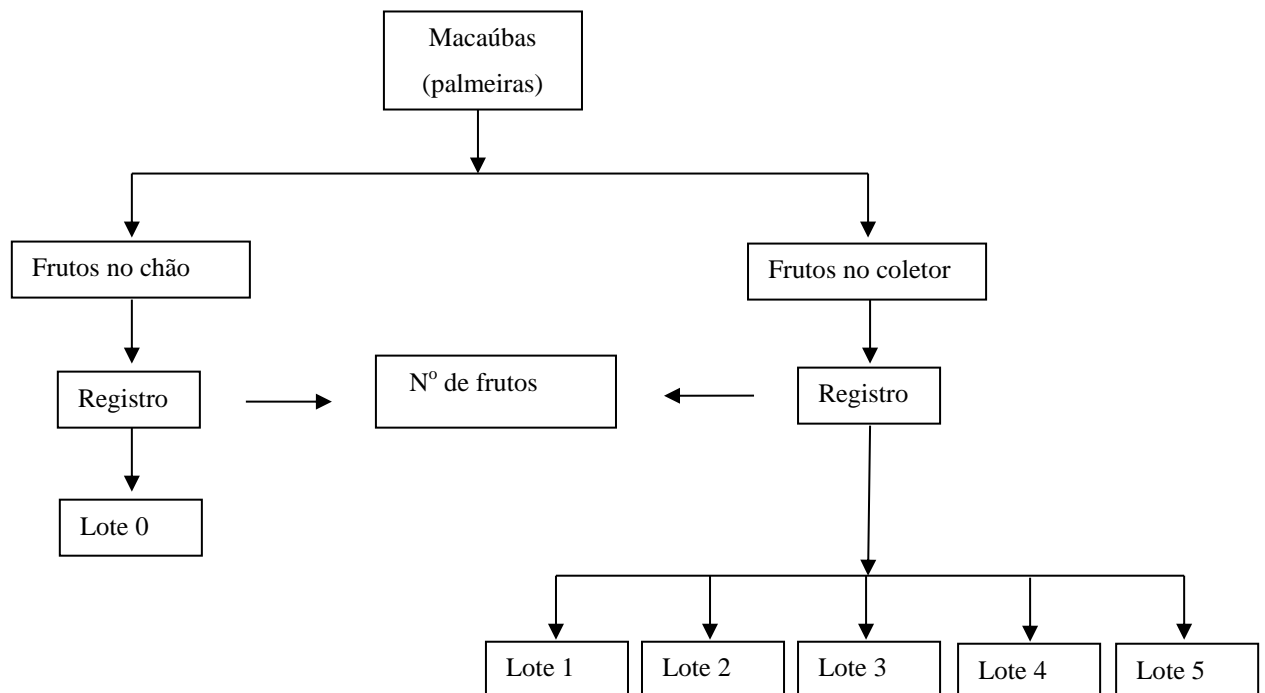


Figura 11 - Metodologia de coleta e armazenamento dos frutos da Macaúba.

Em função da disponibilidade de frutos frescos foram efetuadas 3 coletas, sempre nas mesmas palmeiras. Na primeira coleta foram realizados os tratamentos 0 e 1, na segunda coleta os tratamentos 0, 2 e 3, e na terceira coleta os tratamentos 0, 4 e 5.

Um resumo das análises realizadas nos frutos de cada lote pode ser visto no fluxograma da Figura 12. Cada lote foi constituído por 40 frutos. Para avaliar o efeito do período de armazenamento dos frutos com os diferentes tratamentos pós-colheita, todas as análises foram feitas no dia da coleta, logo após o tratamento (tempo 0) e após 30 dias (tempo 30). Assim, no tempo 0 foram utilizados metade de cada lote e o restante foram utilizados no tempo 30. Destaca-se que durante todo o período de armazenamento os frutos ficaram dentro dos cestos plásticos, localizados no laboratório.

Os resultados obtidos nessa etapa foram utilizados para definir os tratamentos pós-colheita da etapa seguinte.

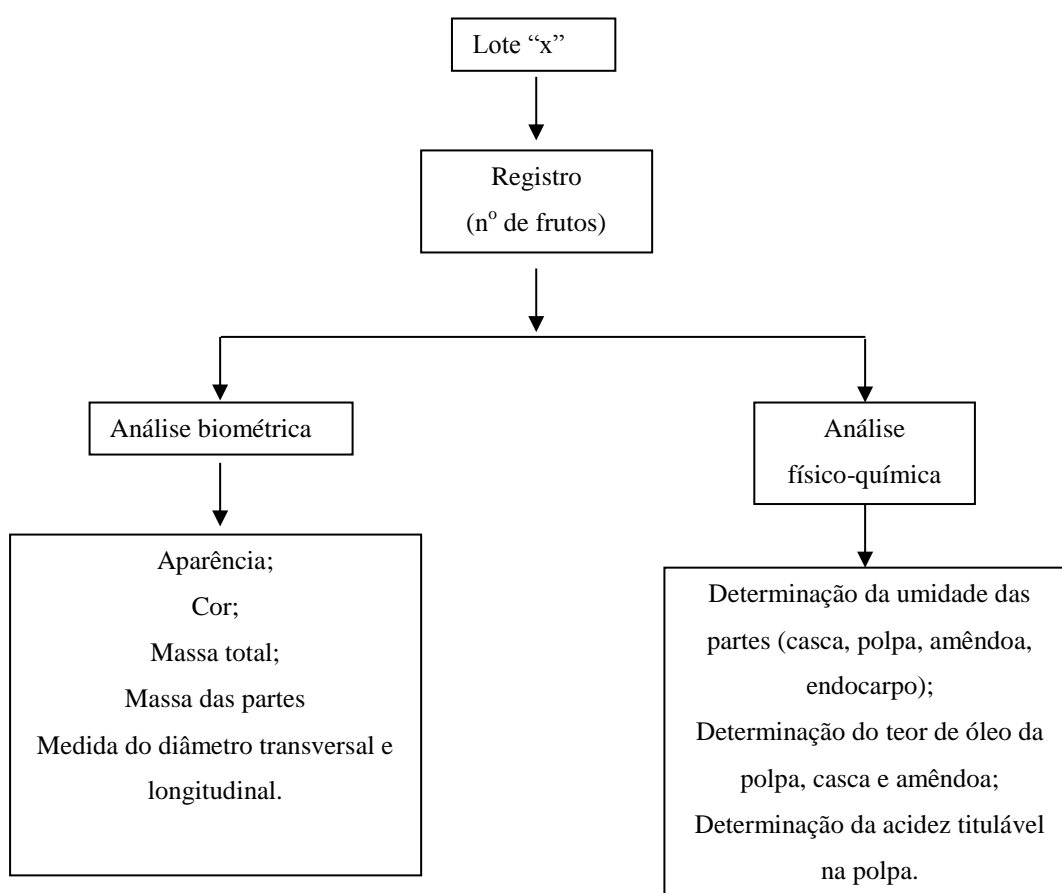


Figura 12- Metodologia de análise nos frutos da Macaúba.

Para as análises biométricas, foram separados aleatoriamente três frutos de cada lote. Em cada fruto, foram feitas as medidas do diâmetro longitudinal (altura) e transversal (largura), ambas através de um paquímetro digital eletrônico da marca *Digimess* com 0,01 mm de precisão, e a avaliação dos aspectos do fruto quanto à aparência (relacionada ao estado do epicarpo e à presença ou não de danos aparentes), cor do epicarpo (casca) e cor do pedúnculo. Os frutos classificados como bons não apresentavam estragos visíveis, os médios

apresentavam pequenos ataques por fungos e insetos-pragas, e os ruins apresentavam ataque severo por fungos e insetos-pragas.

Em seguida, as partes de cada fruto selecionado foram separadas. A polpa foi retirada manualmente com o uso de facas de aço inoxidável e para separar o endocarpo da amêndoa foi utilizado um moinho de facas. Cada parte foi pesada separadamente em uma balança analítica de precisão para a determinação de suas frações em relação ao peso total dos frutos na condição pós-tratamento.

As metodologias utilizadas nas análises físico-químicas encontram-se descritas no item 4.4. Destaca-se que após a separação das partes, as polpas de cada lote foram congeladas para posterior determinação da acidez titulável.

#### **4.1.2 Avaliação de frutos coletados em duas localidades da grande BH**

O foco principal desta safra foi avaliação dos microrganismos presentes na polpa e na casca da Macaúba após diferentes tratamentos pós-colheita, selecionados a partir dos resultados obtidos na safra anterior, nos tempos 0 e 30 dias de armazenamento à temperatura ambiente. Adicionalmente, objetivou-se avaliar se havia diferença entre frutos coletados em duas localidades na região da grande BH. Essa etapa foi realizada na safra 2012/2013, sendo realizada ao todo 3 coletas.

A primeira coleta foi realizada em Taquaraçu de Minas, cidade situada a cerca de 70 km de Belo Horizonte (19° 39'49'' Sul, 43° 41'29'' Oeste), tendo sido coletado um cacho inteiro, em um período de desprendimento natural dos frutos do cacho.

No Campus da UFMG em Belo Horizonte, em função da altura das palmeiras e disponibilidade dos frutos, foram coletados frutos do chão e de palmeiras diferentes, constituindo-se de uma mistura de frutos. Nesse caso visando verificar repetitividade, optou-se por efetuar duas coletas com uma diferença de sete dias entre as mesmas.

Os frutos dessas três coletas foram diferenciados pelos tratamentos, nos seguintes lotes:

- Lote 1 - frutos armazenados sem tratamento prévio;
- Lote 2 - frutos lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio (2 % de cloro ativo) secos à temperatura ambiente;
- Lote 3 - frutos lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio (2 % de cloro ativo) e secos na estufa a 60 °C por 24 h.

Nos frutos coletados em Taquaraçu de Minas, além das análises físico-químicas de acordo com o fluxograma da Figura 12 foram realizadas também as análises biométricas.

Nas coletas feitas no Campus da UFMG, foi realizada a determinação de umidade da casca e da polpa, o teor de óleo da polpa, acidez titulável da polpa, e a quantificação de microrganismos presentes na polpa e na casca.

Como na primeira etapa, todas as análises foram feitas logo após o tratamento e após 30 dias de armazenamento. As condições climáticas (temperatura e umidade relativa) da região de Belo Horizonte durante o período que os frutos ficaram armazenados podem ser vistas no Apêndice A.

#### **4.1.3 Avaliação de frutos coletados em diferentes meses e em uma mesma localidade**

Como nas safras anteriores não foi verificada como os diferentes tratamentos influenciam na qualidade do óleo extraído da polpa, optou-se por realizar novas coletas, porém em meses diferentes. Os objetivos foram avaliar se os tratamentos selecionados são capazes de manter a qualidade do óleo após 30 dias de armazenamento e se a coleta de frutos frescos em dois meses subsequentes resultaria em características diferenciadas dos frutos e do óleo da polpa desses frutos.

Os frutos foram coletados apenas no campus da UFMG, na safra 2013/2014, sendo a primeira coleta realizada no dia 09 de dezembro e a segunda no dia 20 de janeiro. Da mesma forma que na etapa anterior, os frutos foram coletados do chão e separados em três diferentes lotes:

- Lote 1 - frutos armazenados sem tratamento prévio;
- Lote 2 – frutos lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio (2 % de cloro ativo) e secos à temperatura ambiente;
- Lote 3 - frutos caídos no chão, lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio (2 % de cloro ativo) e secos na estufa a 60 °C por 24 h.

Nessa etapa, uma semana antes de cada coleta, todos os frutos que estavam na área determinada para a coleta foram recolhidos, garantindo assim que os frutos analisados estivessem no chão por um período de no máximo sete dias.

Foram realizadas as análises físico-químicas (umidade, teor de óleo, acidez titulável, atividade de água) apenas na polpa. Também foram feitas a extração do óleo e a medida de

sua acidez, com o intuito de verificar a influência de cada tratamento no índice de acidez do óleo, e consequentemente no percentual de ácidos graxos livres.

A extração do óleo foi realizada com o solvente éter de petróleo, de acordo com o método Bc 3-49 da American Oil Chemists' Society (AOCS, 2009).

Todas as análises desta etapa foram feitas em triplicata, logo após cada tratamento e após os trinta dias de armazenamento em temperatura ambiente. As condições climáticas (temperatura e umidade relativa) da região de Belo Horizonte durante o período que os frutos ficaram armazenados podem ser vistas no Apêndice A. Os dados foram tratados por análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o software Sisvar 5.6 (FERREIRA, 2011).

#### **4.2 Acompanhamento das características físico-químicas da polpa e óleo obtidos de frutos armazenados presos ao cacho**

Os resultados obtidos nas análises de três safras consecutivas indicaram que os tratamentos utilizados na pós-coleta dos frutos, contemplando a higienização com hipoclorito de sódio ou a higienização com hipoclorito de sódio seguido de secagem foram parcialmente eficientes, tendo proporcionado uma melhor manutenção da qualidade da polpa, mensurada pela menor acidez titulável após 30 dias de armazenamento. Contudo, nenhum dos tratamentos foi eficiente para impedir ou minimizar a acidificação do óleo obtido da polpa dos frutos, indicando uma necessidade de processamento do fruto em um tempo pós-colheita inferior a trinta dias.

Nos trabalhos anteriores foram coletados frutos caídos naturalmente de cachos presos ao engajo fixado na palmeira. Uma vez que a coleta do cacho é uma opção a ser considerada principalmente quando da instalação de plantio planejados para o aproveitamento industrial, a última avaliação deste trabalho considerou esta estratégia.

Assim, com o objetivo de identificar até quantos dias após a coleta, frutos da Macaúba presos ao cacho podem ser armazenados com conservação da qualidade nas partes polpa e óleo extraído da polpa, partiu-se para a avaliação do processo de acidificação desses frutos. Para isso foi coletado um cacho inteiro na zona rural do município de Taquaraçu de Minas, no dia 28 de janeiro de 2015. É importante salientar que o cacho somente foi retirado após a abscisão dos primeiros frutos, o que é considerado um sinal de maturação do cacho (TAPETI *et al.*, 2013; SILVA, 2011). A Figura 13 mostra a foto da palmeira e do cacho durante e após a coleta.

No dia seguinte após a coleta, o cacho foi levado para o laboratório de Processos e Produtos da Macaúba, localizado no Departamento de Engenharia Química da Escola de Engenharia da UFMG, e deixado sobre a bancada, conforme pode ser visto pela Figura 13.



Figura 13 - Palmeira e cacho de Macaúba: (A) e (B) no local da coleta; (C) cacho no laboratório de Processos e Produtos de Macaúba.

Os frutos foram mantidos no cacho, e a cada segunda-feira e quinta-feira, correspondendo a um intervalo de 4 e 3 dias, respectivamente, os frutos caídos naturalmente e os caídos após a viragem do cacho foram coletados. O cacho foi virado apenas nos dias da coleta para proporcionar a ventilação dos frutos que ficavam em contato com a bancada. Após a contagem dos frutos, 24 destes frutos foram selecionados aleatoriamente para as análises físico-químicas na polpa e extração de óleo. Destaca-se que em algumas datas havia menos frutos caídos que os 24 necessários para as análises. As coletas ocorreram até o despreendimento total dos frutos do cacho.

Além das análises físico-químicas, também foi determinada a massa total e a massa das partes (casca, polpa, endocarpo + amêndoa). Para isso, dos 24 frutos, 10 foram selecionados, também ao acaso, para determinação das massas de cada parte do fruto, sendo

este número maior que o recomendado por Manfio *et al.* (2011a) na determinação de características biométricas com 95% de confiança.

A cada coleta, todos os frutos foram descascados e despulpados manualmente, e as polpas que não foram usadas no dia da coleta foram devidamente identificadas e congeladas.

Para verificar se havia diferenças na maturação dos frutos armazenados no próprio cacho ou armazenados fora do cacho, no primeiro dia em que houve um grande desprendimento dos frutos, após a separação dos 24 frutos, o restante foi armazenado em cestos plásticos com furos. A cada segunda e quinta-feira, correspondendo a um intervalo de 4 e 3 dias, foram feitas as mesmas análises citadas anteriormente, exceto a análise de determinação da massa de cada parte, até o esgotamento desses frutos. Nos frutos que ficaram armazenados no cesto, para cada dia de análise também eram selecionados 24 frutos aleatoriamente.

#### **4.2.1 Análises físico-químicas da polpa**

As análises físico-químicas na polpa da Macaúba foram realizadas em triplicata de acordo com as metodologias utilizadas na primeira etapa deste trabalho citadas a seguir.

- Teor de umidade e voláteis - determinada no dia da coleta dos frutos de acordo com o método Ac 2-41 da AOCS (2009);
- Atividade de água - determinada no dia da coleta dos frutos;
- Teor de óleo - de acordo com o método Bc 3-49 da AOCS (2009);
- Acidez titulável - conforme método 310/IV do Instituto Adolf Lutz (2008).

#### **4.2.2 Extração do óleo**

Para extração do óleo e posterior análises químicas do mesmo, as polpas foram descongeladas, secas em estufa de circulação forçada a 130 °C por 3 horas, e em seguida trituradas. A extração foi realizada com o solvente éter de petróleo, de acordo com o método Bc 3-49 da American Oil Chemists' Society (AOCS, 2009), sendo o éter residual evaporado em estufa de circulação a 60 °C até peso constante. Em seguida o óleo foi transferido para frascos plásticos, envoltos com papel alumínio para evitar o contato com a luz, e armazenados sob refrigeração (em torno de 6 °C) até o dia da análise.

### 4.2.3 Análises químicas do óleo

A qualidade do óleo obtido da polpa em cada coleta foi avaliada através da análise das seguintes propriedades: índice de acidez, índice de estabilidade oxidativa e determinação do perfil graxo. A descrição de cada metodologia encontra-se no item 4.4.

O perfil graxo foi determinado apenas no óleo obtido de frutos armazenados no cacho e analisados após 1 e 36 dias da coleta do cacho, com a finalidade de observar possíveis mudanças no perfil de ácidos graxos com o armazenamento do fruto.

Nesta etapa todas as análises foram feitas em triplicata com exceção do índice de estabilidade oxidativa e da determinação do perfil graxo, que foram realizadas no Laboratório de Ensaio de Combustíveis (LEC), no Departamento de Química da UFMG, tendo sido efetuadas em duplicata. Os dados foram submetidos à análise de regressão utilizando o software Minitab, versão 16.

### 4.3 Avaliação da etapa de clarificação do óleo da polpa de Macaúba utilizando diferentes adsorventes

O óleo utilizado nesta etapa do trabalho foi produzido por integrantes do grupo de pesquisa Processos e Produtos da Macaúba do departamento de Engenharia Química da UFMG, e obtido por prensagem mecânica no ano de 2013. Após a prensagem, o óleo foi centrifugado e armazenado em frascos âmbar sob refrigeração.

Foram misturados óleos com índices de acidez semelhantes, na faixa de 3,8 a 4,5 mg KOH/g, formando assim um lote único. Uma alíquota desse lote foi separada para posterior caracterização e o restante (2,0 kg) foi utilizado nas etapas do refino do óleo até a clarificação.

#### 4.3.1 Degomagem

A etapa de degomagem foi realizada em quatro bateladas, utilizando 500 g de óleo bruto cada, sendo que a metodologia utilizada foi baseada nos estudos de Viera *et al.* (2009) e Moretto e Fett (1998).

As amostras de óleo foram aquecidas em evaporador rotativo (*modelo SL-126, marca Solab*) após a adição de 3% de água destilada em relação à massa base do óleo a ser tratado. A mistura foi mantida sob agitação constante (60 rpm) durante 30 min e a 60 °C. Posteriormente

a mistura foi submetida à centrifugação (2000 rpm por 10 min) para separação das gomas hidratadas do óleo.

Os óleos obtidos em cada batelada foram misturados para a formação de um lote único.

#### 4.3.2 Neutralização

A etapa de neutralização foi realizada em quatro bateladas, com 450 g de óleo cada, de acordo com o descrito por Pimenta (2010), e assim como na degomagem, os óleos obtidos no fim de cada batelada foram misturados para a formação de um lote único.

Utilizou-se uma solução de NaOH na concentração 2,0 mol/L, em um volume suficiente para neutralizar todos os ácidos graxos do óleo degomado, calculado de acordo com a Equação 1. Para o uso dessa equação o índice de acidez do óleo degomado foi previamente determinado. Foram adicionados 10% a mais do volume calculado para assegurar que todos os ácidos graxos livres fossem neutralizados.

$$\text{NaOH (L)} = \frac{\text{massa do óleo} \times \text{acidez (por grama)}}{\text{massa molar oleica} \times \text{concentração NaOH}} \quad (1)$$

A neutralização também foi realizada no evaporador rotativo. Inicialmente o óleo foi mantido a 60 °C por 5 min para homogeneizar a temperatura, e em seguida adicionou-se o volume calculado de hidróxido de sódio. A mistura foi mantida em agitação por 15 min a 60 °C.

Após a neutralização a mistura foi centrifugada a 2000 rpm por 15 minutos para a retirada do sabão. Ao final dessa etapa, o resíduo de sabões ficou no fundo dos tubos, sendo o óleo da superfície transferido para um funil de separação para posterior lavagem.

Na lavagem, feita a frio, usou-se em torno de 10% de água destilada (a aproximadamente 20 °C) e agitação manual do funil de separação até a mesma ser descartada límpida. Naquele momento verificou-se o pH da água com fita indicadora: a condição de pH na faixa igual à da água destilada foi a indicação de que não havia mais sabões na amostra, e o óleo foi então levado para secagem. O óleo foi seco no evaporador rotativo, sob vácuo (38 cmHg) e rotação de 60 rpm, durante 30 min e aquecimento a 80 °C.

### 4.3.3 Clarificação

Com o objetivo de melhorar a eficiência do processo de clarificação foram estudados dois parâmetros: porcentagem em massa de adsorvente e temperatura. Foram utilizados três materiais adsorventes diferentes: o adsorvente industrial B80, da linha Pure-Flo da Oil Dri, cedido pela empresa Aboissa; carvão ativado pulverizado e; carvão ativado granulado. Ambos os carvões do endocarpo da Macaúba foram produzidos no laboratório de Processos e Produtos da Macaúba (UFMG) com áreas superficiais próximas da ordem de  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ , visando comparação entre os mesmos e o adsorvente comercial. Ressalte-se que o carvão ativado produzido a partir do endocarpo da Macaúba se constitui em um coproduto dessa indústria de extração de óleo, portanto, avaliar sua eficiência como adsorvente é uma forma de viabilizar ainda mais a cadeia produtiva da Macaúba.

O B80 Natural é um clarificante ativado naturalmente através de processos físicos, indicado para diferentes tipos de óleos, sem causar os efeitos prejudiciais dos ácidos minerais. Sua matéria prima é composta de um híbrido dos minerais hormita e esmectita com características únicas de adsorção e filtração. O fabricante não especifica a área superficial, porém informa que 83 % das partículas passam através de Malha 325 (menos de 45 micron).

O carvão ativado, tanto o pulverizado quanto o granulado, foram produzidos via ativação química com  $\text{ZnCl}_2$ , apresentando áreas superficiais iguais a  $419 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $399,4 \text{ m}^2/\text{g}$ , respectivamente. A Figura 14 mostra a foto dos três adsorventes utilizados.

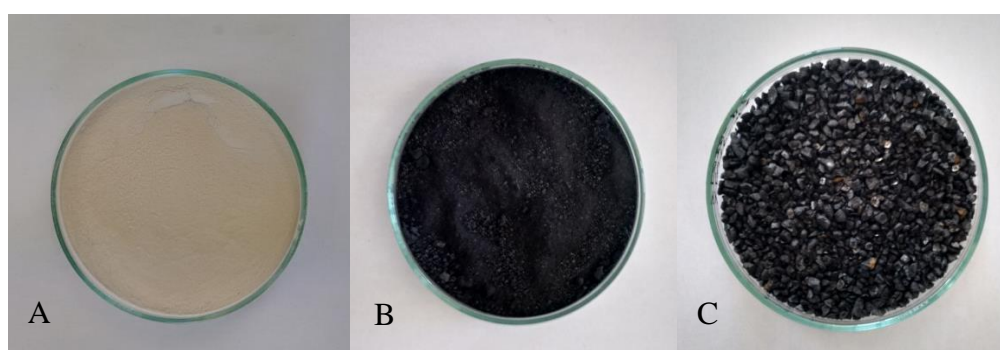


Figura 14 – Adsorventes utilizados nos ensaios de clarificação: (A) adsorvente comercial B80; (B) carvão ativado pulverizado; (C) carvão ativado granulado.

#### 4.3.3.1 Determinação da melhor condição de clarificação utilizando o adsorvente comercial B80

Inicialmente foi avaliado o efeito da temperatura e quantidade de adsorvente, no caso o adsorvente B80, através de um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR). O DCCR é um planejamento experimental que apesar de requerer poucos ensaios para sua realização, possui características interessantes para a busca do ponto de resposta ótima, minimizando custos, tempo, mão de obra e maximizando rendimento (ALVES, 2013).

Aplicou-se um planejamento experimental fatorial  $2^2$  para estudar o efeito de dois parâmetros do processo de clarificação do óleo da polpa da Macaúba (temperatura e porcentagem em massa de adsorvente) sobre a capacidade de branqueamento e o índice de acidez.

Foi feito um total de 11 experimentos utilizando o adsorvente comercial B80, investigando cada variável em 2 níveis (+1 e -1), incluindo três pontos centrais para avaliação do erro puro e quatro pontos axiais ( $-\alpha$  e  $\alpha$ ). A Tabela 6 apresenta as diferentes variáveis e níveis investigados no processo de extração e a Tabela 7 apresenta a matriz do DCCR proposto.

Tabela 6 - Níveis estudados no DCCR do processo de clarificação com adsorvente comercial B80.

Parâmetro/níveis	-1,41	-1	0	+1	+1,41
Temperatura (°C) = $X_1$	75,9	80	90	100	104,1
Porcentagem em massa de adsorvente (%) = $X_2$	0,36	2	6	10	11,64

As temperaturas e as massas do adsorvente, assim como o tempo do processo foram escolhidas de acordo com dados coletados na literatura. O único estudo sobre o refino do óleo da Macaúba, realizado por Nunes *et al.* (2015) indica 10% de adsorvente como a quantidade ideal. Analisando diversos estudos sobre a clarificação de outros óleos vegetais, verificou-se que este valor está acima do que é normalmente utilizado. Por esse motivo, neste trabalho utilizou-se o valor de 10% em um dos níveis mais altos, permitindo assim, avaliar o efeito do uso de quantidades menores de adsorvente. Seguindo a orientação de Didi *et al.* (2009), que relataram que o tempo de contato entre o óleo e a terra de branqueamento não deve exceder o tempo de 20 min na temperatura de 100 °C para evitar reações indesejadas, neste trabalho, optou-se por fixar o tempo de contato em 20 min.

Tabela 7 - Matriz do DCCR com variáveis codificadas.

Ensaio	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1
5	-1,41	0
6	+1,41	0
7	0	-1,41
8	0	+1,41
9	0	0
10	0	0
11	0	0

X<sub>1</sub> = temperatura (°C) e X<sub>2</sub> = % em massa de adsorvente comercial B80.

Os valores correspondentes em gramas (g) da massa de adsorvente são apresentados na Tabela 8. Para o cálculo desses valores considerou-se a massa de óleo igual a 70g.

Tabela 8 - Quantidade de massa de adsorvente em gramas (g).

Ads (%)	Ads (g)
0,36	0,252
2	1,4
6	4,2
10	7,0
11,64	8,148

Os resultados do planejamento experimental foram estatisticamente analisados utilizando-se o software STATISTICA V.7.0 (StatSoft, Inc., USA).

#### 4.3.3.2 Preparo e realização dos experimentos de clarificação

A fim de remover toda a umidade, que poderia provocar reações de oxidação indesejadas ao processo de clarificação, o óleo e os adsorventes devem ser previamente secos (LOPES, 2008; ALVES, 2013).

O óleo foi seco no fim da etapa de neutralização, conforme descrito anteriormente. O adsorvente comercial B80 utilizado no planejamento e os carvões ativados foram secos em

estufa, a 110 °C por 3 horas, e ficaram mantidos em dessecador com sílica-gel após a secagem (OLIVEIRA, 2001).

O procedimento utilizado na realização de cada ensaio de clarificação foi o seguinte: o óleo foi pesado e em seguida transferido para um balão de 500 mL. O banho térmico do evaporador rotativo foi então programado para a temperatura de operação, conforme determinado no planejamento. Nessa etapa, o óleo foi mantido sob agitação de 60 rpm e sob vácuo (em torno de 28 cm Hg). Atingido a temperatura desejada, o vácuo foi interrompido para a adição do adsorvente. A mistura resultante foi mantida em aquecimento e agitação (60 rpm) constante durante 20 min, também sob vácuo de cerca 28 cm Hg. Após o tempo referido, a mistura foi centrifugada por 15 min a 2000 rpm. O óleo clarificado foi mantido em frasco âmbar, sob refrigeração, para análises posteriores.

#### *4.3.3.3 Tratamentos dos dados de clarificação*

O índice de acidez do óleo após cada ensaio de branqueamento foi determinado de acordo com as normas da AOCS (2009), método Cd 3-63, descrito no item 4.4.6.

A capacidade de branqueamento foi avaliada através do conteúdo de carotenoides totais e foi calculada de acordo com a equação 2.

$$\text{Capacidade de branqueamento (\%)} = \frac{C_o - C}{C_o} \times 100 \quad (2)$$

Onde  $C_o$  e  $C$  corresponde às estimativas de carotenoides totais (mg/kg ou PPM) do óleo neutralizado e do óleo após o branqueamento, respectivamente, calculados de acordo com o item 4.4.9

#### *4.3.3.4 Efeito do uso do carvão ativado do endocarpo da Macaúba*

Para avaliar o efeito do uso do carvão ativado produzido a partir do endocarpo da Macaúba como adsorvente na clarificação do óleo da polpa da Macaúba foi utilizada a condição na qual se obteve a melhor capacidade de branqueamento com o uso da terra comercial, ou seja, 90 °C e 6% de adsorvente.

No primeiro ensaio foi utilizado apenas o carvão ativado da Macaúba e nos ensaios seguintes foi usada uma mistura com carvão ativado e terra comercial (B80), de acordo com a

Tabela 9, mas sempre mantendo a quantidade final de adsorvente igual a 6% da massa do óleo.

Tabela 9 - Proporção de carvão ativado utilizado na mistura de adsorvente.

Ensaio	% CA	Tipo de carvão ativado
12	100	Pulverizado
13	50	Pulverizado
14	10	Pulverizado
15	5	Pulverizado
16	50	Granulado
17	10	Granulado
18	5	Granulado

% CA = quantidade de carvão ativado em relação à massa total de terra clarificante utilizada, para uma massa total de adsorvente de 6%.

O processo de clarificação utilizando carvão ativado foi conduzido nas mesmas condições do processo com a terra comercial (90 °C, durante 20 min e vácuo de aproximadamente 28 cm Hg), porém durante a etapa de centrifugação verificou-se que o óleo ainda estava bastante escuro, optando-se assim, por efetuar essa separação pelo dobro de tempo (30 min). Após a centrifugação, os óleos continuavam com o aspecto esverdeado (Figura 15), e por isso os ensaios nos quais foram utilizados 100% e 50% de carvão ativado pulverizado passaram por duas etapas de filtração com papel de filtro de 14µm. Os ensaios restantes passaram por apenas uma etapa de filtração, por não ter ficado nenhuma partícula retida no filtro durante a primeira etapa.

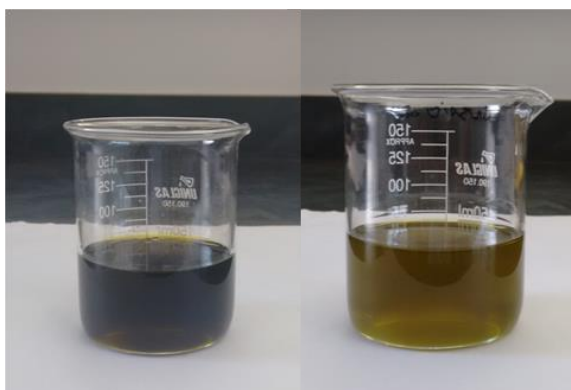


Figura 15 - Óleo após a clarificação com mistura adsorvente: (A) 100% de carvão ativado pulverizado; (B) 50% carvão ativado pulverizado e 50% terra comercial (B80).

#### 4.3.3.5 Propriedades físico-químicas do óleo durante as etapas do refino

Amostras do óleo bruto e de cada etapa do refino foram caracterizadas da seguinte forma:

- Índice de acidez;
- Carotenoides totais;
- Teor de fósforo;
- Perfil graxo - determinado apenas no óleo bruto e após a clarificação.

Em todas as etapas do refino as análises foram realizadas em triplicata, exceto para as análises de teor de fósforo e para a determinação do perfil graxo, que foram realizadas em duplicata no LEC (DQ-UFMG).

## 4.4 Análises

### 4.4.1 Umidade (polpa, casca e endocarpo)

A umidade corresponde à perda em peso sofrida pelo produto quando aquecido em condições nas quais a água é completamente removida. Na realidade não é somente água que é removida, mas também outras substâncias que se volatilizam nessas condições.

A determinação de umidade foi realizada segundo método Ac 2-41 (AOCS, 2009), que estabelece a secagem em estufa na temperatura de 130 °C por três horas. O teor de umidade e voláteis foi calculado de acordo com a Equação 3.

$$\text{Umidade (\%)} = \frac{\text{massa perdida, g}}{\text{massa da amostra, g}} \times 100 \quad (3)$$

### 4.4.2 Atividade de água

A disponibilidade da água para a atividade microbológica, enzimática ou química em um sistema é medido pela atividade de água ( $a_a$  ou  $a_w$ ) (FELLOWS, 2006).

A atividade de água é definida como a razão da pressão de vapor da água no sistema e a pressão de vapor saturada da água na mesma temperatura, conforme a Equação 4 .

$$a_w = \frac{P}{P_o} \quad (4)$$

Onde:  $a_w$  = atividade de água;

$P$  = pressão de vapor do sistema (Pa);

$P_o$  = pressão de vapor da água pura na mesma temperatura;

A atividade de água da polpa da Macaúba foi determinada utilizando o aparelho AquaLab (*marca Decagon Devices, modelo Series 3TE*) que possui leitura precisa, com exatidão de  $\pm 0,003$ .

#### 4.4.3 Teor de óleo

Utilizou-se a técnica de extração contínua de lipídios no aparelho Soxhlet, utilizando éter de petróleo como solvente, de acordo com a normas da AOCS (2009), método Bc 3-49.

Para esta análise foram usados os materiais secos provenientes da determinação de umidade e voláteis. Cada amostra, previamente triturada em liquidificador industrial, permaneceu em extração contínua com éter de petróleo por 4 horas, contadas a partir da ebulição do solvente. A evaporação residual do solvente foi feita em estufa a 130 °C por duas horas.

A quantificação do óleo (base seca) foi feita de acordo com a Equação 5.

$$\text{Teor de óleo (\%)} = \frac{\text{Massa do óleo (g)}}{\text{Massa da amostra (g)}} \times 100 \quad (5)$$

#### 4.4.4 Acidez titulável da polpa

A acidez titulável da polpa dos frutos da Macaúba foi determinada através de titulação com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, de acordo com as normas do Instituto Adolf Lutz (2008), método 310/IV.

Para essa análise, foram usadas as polpas que haviam sido previamente congeladas. Após serem descongeladas, as polpas de cada lote foram trituradas em liquidificador industrial, e cada amostra foi titulada utilizando água destilada como solvente e solução de

fenolftaleína como indicador. As amostras foram tituladas sob agitação constante, até a coloração rósea persistente por 30 segundos.

A acidez foi calculada pela Equação 6.

$$AT = \frac{V \times f \times M \times 100}{P} \quad (6)$$

Onde:

AT = acidez em % (v/m ou v/v);

V = volume (mL) da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio;

P = massa da amostra em g (no teor de umidade em que se encontra);

M = molaridade da solução de hidróxido de sódio.

#### 4.4.5 Quantificação de microrganismos

O acompanhamento do processo de proliferação de microrganismos nos frutos de Macaúba após a colheita foi feito no laboratório de microbiologia aplicada ICB/UFMG por meio da quantificação dos microrganismos (fungos, leveduras e bactérias) presentes na casca e na polpa dos frutos.

Foram selecionados aleatoriamente seis frutos de cada lote, sendo que estes foram agrupados em dupla e acondicionados em sacos plásticos totalizando para cada lote três sacos plásticos contendo cada um dois cocos.

Para a quantificação dos microrganismos presentes na casca do fruto, foram adicionados 100 ml de solução salina (NaCl 0,85%) em cada saco plástico, e estes posteriormente foram colocados em um banho ultrassônico por cerca de cinco minutos, promovendo a dispersão dos microrganismos presentes na casca para a solução salina.

Em seguida, em ambiente estéril, foi retirado 1 ml da suspensão para preparar as diluições de  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$  e  $10^{-3}$ , sendo transferido 100  $\mu$ L de cada diluição para placas de Petri, contendo os meios TSA (quantificação de bactérias), BDA (quantificação de fungos) e YM (quantificação de leveduras), previamente esterilizados. Para a quantificação das bactérias foi adicionado no meio de cultura uma solução de antifúngico Benomil 0,05 g/L e para a quantificação de fungos e leveduras foi adicionado um antibacteriano Cloranfenicol 0,2 g/L.

Na inoculação dos microrganismos foi utilizada a técnica “Spread-Plate” (espalhamento na placa), que consiste na inoculação de uma quantidade determinada de cada diluição sobre a superfície do meio de cultura, e com o auxílio da alça de Drigalski, espalha-se o inóculo cuidadosamente por toda superfície do meio até sua completa absorção. O objetivo é a obtenção de colônias isoladas para posterior quantificação.

As placas inoculadas foram incubadas em estufas a 37 °C por 24 h para o crescimento das bactérias, a 25-28 °C por 72 h para o crescimento das leveduras e a 25-28 °C por 5-7 dias para o crescimento dos fungos.

Para a quantificação dos microrganismos presentes na polpa, os frutos que estavam imersos na solução salina foram lavados com detergente neutro e em seguida secos com papel toalha, a fim de diminuir a contaminação da polpa pela casca.

Em ambiente estéril e com um auxílio de uma micro retífica, foi retirado um pedaço da casca dos dois frutos de cada triplicata dos lotes, e com auxílio de uma pinça metálica, transferiu-se parte da polpa para um tubo falcon de 15 ml contendo 9 mL de solução salina. Ao todo, e somando a polpa dos dois frutos, foram transferidos cerca de 1 g de polpa para a solução salina.

Com o auxílio de um homogeneizador de bancada, homogeneizou-se a polpa imersa na solução salina, sendo feita em seguida diluições  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$ . As inoculações e quantificações foram feitas da mesma forma que a quantificação dos microrganismos da casca.

Os diferentes morfotipos encontrados foram enumerados e classificados quanto aos seguintes aspectos:

- Bactérias: cor, brilho (opaca/brilhante), borda (regular/irregular), aspecto (liso/ rugoso);
- Fungos: cor, borda (regular/irregular), aspecto (aveludado/cotonoso/espurulento), reverso (cor);
- Leveduras: cor, brilho (opaca/brilhante), borda (regular/irregular), aspecto (liso/rugosa).

#### 4.4.6 Índice de acidez do óleo

O índice de acidez é definido pela quantidade de base necessária para neutralizar os ácidos graxos livres presentes nos óleos e gorduras. É expresso em número de miligramas de hidróxido de potássio necessário para neutralizar 1 grama de amostra.

A determinação do índice de acidez do óleo obtido da polpa foi feita de acordo com as normas da AOCS (2009), método Cd 3-63, utilizando solução de hidróxido de potássio 0,1mol/L e uma solução contendo partes iguais de tolueno e álcool isopropil como solvente.

O cálculo do índice de acidez foi feito de acordo com a Equação 7:

$$IA = \frac{(A-B) \times M \times 56,1}{P} \quad (7)$$

Onde:

IA = índice de acidez (mg KOH/g de amostra);

A = volume (mL) da base usada na titulação;

B = volume (mL) da base utilizada na titulação em branco;

M = molaridade da base;

P = massa da amostra (g).

O teor de ácidos graxos livres foi calculado com base no peso molecular do ácido predominante, que no caso da polpa da Macaúba é o ácido oleico (MACHADO *et al.*, 2006). Portanto, para expressar o índice de acidez como % de acidez em ácido oleico o resultado obtido pela equação anterior foi dividido por 1,99 (INSTITUTO ADOLF LUTZ, 2008).

#### 4.4.7 Estabilidade oxidativa

Todos os óleos e gorduras possuem uma resistência à oxidação que depende do grau de saturação, natureza ou presença de antioxidantes (naturais ou adicionados). A oxidação ocorre lentamente até a sua resistência ser superada, e a partir desse momento é acelerada e torna-se muito rápida. O tempo que antecede a aceleração do processo de oxidação é a medida da resistência à oxidação e é comumente referido como período de indução ou estabilidade oxidativa (AOCS, 2009). Portanto, quanto maior o período de indução, maior a estabilidade oxidativa do óleo.

A análise da estabilidade oxidativa foi realizada segundo a norma EN 14112 (European Committee for Standardization, 2003), utilizando-se o equipamento *873 Biodiesel Rancimat Metrohm*. A temperatura de trabalho foi de 110 °C, com velocidade de fluxo de ar de 10 L/h, e para cada análise foi utilizado cerca de 3 g de amostra. A oxidação foi acelerada pela passagem de ar pela amostra mantida à temperatura elevada. Os produtos voláteis da reação foram coletados em água pura, que teve sua condutividade elétrica quantificada ao longo do tempo. O período de indução foi expresso em horas.

#### **4.4.8 Determinação do perfil de ácidos graxos**

Para a determinação da composição em ácido graxo dos óleos foi utilizado cromatógrafo a gás (*CG-2010 Shimadzu*), equipado com detector de ionização de chama e coluna biscianopropilsiloxano (60m x 0,25mm x 0,20µm). Os ésteres metílicos dos ácidos graxos (FAME), produzidos com o catalisador trifluoreto de boro (BF<sub>3</sub>) de acordo com Christie (1989), foram avaliados sob as seguintes condições: volume da alíquota injetada de 1,0 µL; temperatura do injetor igual a 250 °C; temperatura do detector igual a 260 °C; programação do forno de 70 °C com taxa de aquecimento de 4 °C/min até 230 °C, sendo mantido por 10 minutos a 230 °C. O tempo de análise foi de 55 min, razão de split 1/50 e utilizou-se gás hélio como gás de arraste com velocidade linear de 28,1cm/s.

A identificação dos ácidos graxos foi feita por comparação dos tempos de retenção das amostras com o tempo de retenção de padrões cromatográficos de ésteres metílicos e a quantificação foi feita pela conversão das porcentagens de áreas dos picos em porcentagem de massa.

#### **4.4.9 Carotenoides totais**

A análise de carotenoides totais com leitura no espectro de visível é aceita como uma estimativa. Melhores resultados são obtidos quando o óleo tem um caroteno predominante e nesse caso, os carotenos totais são expressos como o caroteno predominante (PIMENTA, 2010).

Quando não se conhece o caroteno predominante ou quando a composição de carotenos está concentrada em vários compostos, pode-se, escolher um deles, ou utilizar o valor de extinção de 2500 no solvente éter de petróleo, hexano, éter etílico ou etanol (DAVIES, 1976).

A análise foi realizada através da leitura das amostras no espectro visível a 450 nm (Espectrofotômetro marca CELM, modelo E-225D), utilizando hexano grau espectrofotométrico como solvente e feito os cálculos de carotenoides totais com valor de extinção de 2500, conforme sugerido por Rodriguez-Amaya e Kimura (2004) e indicado na Equação 8. Para uma maior precisão na determinação, a concentração da solução deve ser tal que a absorvância medida seja entre 0,2 e 0,8.

$$CT = \frac{A \times 10^4 \times v}{E1\%1cm \times P} \quad (8)$$

Sendo:

CT = carotenoides totais ( $\mu\text{g/g}$  ou ppm);

A = absorvância;

v = volume do balão (mL);

P = massa da amostra (g).

#### 4.4.10 Teor de fósforo

Determinado por espectrometria de emissão atômica de plasma indutivamente acoplado (ICP) segundo a norma ASTM D5185 (2004), utilizando o xileno como solvente tanto para o preparo da curva analítica como da amostra. A curva foi preparada em uma faixa de 1 a 20 mg/kg utilizando padrão organometálico multielementar em xileno. A amostra foi diluída 10 vezes em xileno. Tanto na curva, como na solução da amostra foi utilizado ítrio (Y) como padrão interno com concentração de 1 mg/kg em todas as soluções.

#### 4.5 Análise estatística dos dados

As análises foram realizadas em triplicata, com exceção das análises realizadas no Laboratório de Ensaio de Combustíveis – LEC, que foram feitas em duplicata. Os dados obtidos na avaliação dos efeitos de diferentes tratamentos pós-colheita foram tratados por análise de variância e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de significância, utilizando o software Sisvar 5.6 (FERREIRA, 2011). Os dados relacionados ao acompanhamento das características dos frutos armazenados presos ao cacho foram submetidos à análise de regressão utilizando o software Minitab, versão 16.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba (*Acrocomia aculeata*) após diferentes tratamentos pós-colheita e armazenamento

Para cada variável resposta avaliada nesta etapa, a análise de variância (Apêndice B) foi realizada separadamente para cada coleta, procedendo-se o desdobramento das interações, e analisando os fatores (lote e tempo) dentro de cada nível dos outros fatores.

#### 5.1.1 Avaliação de diferentes tratamentos pós-colheita

Devido à quantidade de frutos adquiridos em cada coleta, os frutos obtidos nessa safra foram divididos da seguinte forma:

- Primeira coleta: lote 0 (caídos no chão - sem tratamento) e 1 (coletor - sem tratamento).
- Segunda coleta: lote 0; 2 (coletor - lavado) e 3 (coletor - higienizado).
- Terceira coleta: lote 0; 4 (coletor - seco) e 5 (coletor - higienizado - seco).

As coletas foram realizadas com um intervalo de sete dias, sempre com um lote controle (lote 0).

##### 5.1.1.1 Biometria dos frutos

As Tabela 10 e Tabela 11 mostram as médias dos diâmetros longitudinais e transversais medidos após a coleta e tratamento (tempo 0) e após o armazenamento (tempo 30). No tempo 0, os frutos de Macaúba coletados apresentaram diâmetro longitudinal (comprimento ou altura) variando entre 39,61 a 46,19 mm, e diâmetro transversal (largura) entre 39,28 e 47,29 mm, considerando a variação do menor para o maior. Os valores obtidos estão de acordo com os apresentados por Arantes *et al.* (2010) que encontraram cocos de Macaúba com o comprimento variando entre 38,92 mm a 48,60 mm, e largura variando entre 41,58 mm a 47,82 mm. Valores semelhantes também foram encontrados por Caldeira *et al.* (2010) que realizaram a biometria comparativa de frutos de Macaúba de diferentes regiões de Minas Gerais, obtendo valores de comprimento variando de 41,15 a 47,61 mm e largura entre 43,02 a 49,02 mm.

Tabela 10 - Médias dos diâmetros longitudinais ou altura (mm) dos frutos da Macaúba logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Tempo 0	Tempo 30
1ª coleta	Lote 0	43,78 ± 0,70 <sup>aA</sup>	45,81 ± 1,12 <sup>aA</sup>
	Lote 1	43,43 ± 1,35 <sup>aA</sup>	44,44 ± 1,43 <sup>aA</sup>
2ª coleta	Lote 0	44,54 ± 0,32 <sup>abA</sup>	44,55 ± 1,99 <sup>aA</sup>
	Lote 2	45,76 ± 0,23 <sup>aA</sup>	46,27 ± 0,41 <sup>aA</sup>
	Lote 3	43,41 ± 0,85 <sup>bB</sup>	45,93 ± 0,82 <sup>aA</sup>
3ª coleta	Lote 0	43,11 ± 3,31 <sup>aA</sup>	42,72 ± 1,70 <sup>aA</sup>
	Lote 4	41,88 ± 1,11 <sup>aA</sup>	43,20 ± 1,20 <sup>aA</sup>
	Lote 5	42,92 ± 2,30 <sup>aA</sup>	42,62 ± 0,97 <sup>aA</sup>
Média global		43,60 ± 1,74	44,44 ± 1,78

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60°C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60°C por 24 h.

Tabela 11 - Médias dos diâmetros transversais ou largura (mm) dos frutos da Macaúba logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Tempo 0	Tempo 30
1ª coleta	Lote 0	45,30 ± 2,15 <sup>aA</sup>	46,98 ± 3,08 <sup>aA</sup>
	Lote 1	43,23 ± 1,35 <sup>aA</sup>	45,18 ± 2,31 <sup>aA</sup>
2ª coleta	Lote 0	47,10 ± 0,15 <sup>aA</sup>	45,96 ± 1,24 <sup>aA</sup>
	Lote 2	46,96 ± 0,35 <sup>aA</sup>	44,26 ± 1,16 <sup>abB</sup>
	Lote 3	43,90 ± 1,38 <sup>bA</sup>	43,09 ± 0,91 <sup>bA</sup>
3ª coleta	Lote 0	42,06 ± 2,41 <sup>abB</sup>	45,48 ± 2,19 <sup>aA</sup>
	Lote 4	43,63 ± 2,51 <sup>aA</sup>	45,58 ± 0,81 <sup>aA</sup>
	Lote 5	45,42 ± 1,07 <sup>aA</sup>	43,26 ± 0,78 <sup>aA</sup>
Média global		44,70 ± 2,2	44,97 ± 1,95

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

Considerando os valores apresentados nas Tabelas 10 e 11, com as respectivas análises estatísticas para cada coleta, pode-se afirmar que no tempo zero, os diferentes tratamentos não interferiram no diâmetro longitudinal e transversal dos frutos. Exceção feita para o lote 3 da segunda coleta. Entretanto, como os diâmetros desse lote foram menores e, ainda, como a única diferença entre o tratamento do lote 2 e lote 3 foi a etapa de imersão em hipoclorito de sódio, a explicação para a diferença foi atribuída a variabilidade própria dos frutos. De forma similar, a análise dos resultados dos diâmetros longitudinal e transversal para cada coleta no tempo 30 também indicam não haver influência do tratamento. Ainda, ao se considerar o efeito no tempo, para a maioria dos casos não há diferença significativa entre os valores nos tempos 0 e 30, sendo que as médias globais no tempo, tanto do diâmetro longitudinal quanto do transversal, apresentam valores próximos. A similaridade de todos os resultados citados é atribuída à estrutura rígida da casca.

Em síntese, conclui-se que o uso do coletor e os demais tratamentos efetuados, bem como o tempo de armazenamento não alteram os diâmetros longitudinais e transversais dos frutos, sendo que a variabilidade dos frutos é o fator que pode indicar diferença no tamanho biométrico dos mesmos. Ressalte-se que os frutos deste trabalho são da mesma região (Campus da UFMG), tendo sido coletados no estágio de maturação ideal (com até 7 dias após a abscisão do cacho).

A Tabela 12 mostra as médias da massa total e da massa das partes da Macaúba após cada tratamento (tempo “0”) e após o armazenamento (tempo 30).

A análise estatística das massas no tempo 0 de cada coleta indica comportamento similar tanto na massa total do fruto quanto na massa de cada parte. Como na maior parte dos casos não houve diferença significativa entre as massas do lote controle (lote 0) e dos lotes que passaram por algum tratamento, não é possível afirmar que estes tratamentos são capazes de provocar variações significativas nas massas, e as diferenças encontradas podem ser explicadas pela variabilidade dos frutos. A variação nos valores numéricos das massas dos lotes controles de cada coleta (lote 0) confirma essa variabilidade dos frutos. De maneira geral pode-se observar que os frutos da terceira coleta apresentaram uma massa menor.

Considerando as partes do fruto em cada coleta, após 30 dias de armazenamento, observou-se que para a polpa houve diminuição significativa da massa em todos os lotes e para a casca em alguns lotes. A variação da massa da polpa foi perceptível durante o descascamento dos frutos, pois ao se descascar os frutos, verificou-se que a polpa no tempo zero encontrava-se aderida a casca enquanto que no tempo 30 havia um espaço oco entre as partes casca-polpa. O elevado teor de água no mesocarpo dos frutos colhidos no estágio ideal

de maturação e armazenados em condições ambientes, aliada à possível atividade climatérica são provavelmente os principais fatores que contribuem para a perda de massa dos frutos. A atividade climatérica em frutos promove o aumento da taxa respiratória durante o armazenamento, o que por sua vez contribui para maior perda de massa dos frutos (GOULART, 2014).

Não se observou variação significativa da massa do endocarpo após o armazenamento. Em relação à massa da amêndoa, verificou-se que para alguns lotes houve diferença estatisticamente significativa após os trinta dias de armazenamento. No entanto, quando se compara a média global dessa parte (que corresponde à média das massas de todas as amostras de todos os lotes), nota-se que os valores são praticamente iguais. A explicação reside no fato de que o endocarpo e amêndoa são as partes mais internas do fruto e, também são partes com teor de água inicial menor que o da polpa, portanto a perda de umidade ao longo do armazenamento, e conseqüentemente, perda de massa, ocorre de maneira mais lenta.

Tabela 12 - Média da massa (g) total e de cada parte do fruto logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

Coleta		Massa total (g)		Casca (g)		Polpa (g)		Endocarpo (g)		Amêndoa (g)	
		Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup>	Lote 0	<b>50,93</b> <sup>aA</sup>	<b>39,68</b> <sup>aB</sup>	11,90 <sup>aA</sup>	10,17 <sup>aA</sup>	<b>21,60</b> <sup>aA</sup>	<b>13,94</b> <sup>aB</sup>	11,72 <sup>aA</sup>	13,16 <sup>aA</sup>	1,44 <sup>aA</sup>	2,36 <sup>aA</sup>
	Lote 1	45,60 <sup>aA</sup>	36,75 <sup>aA</sup>	10,17 <sup>aA</sup>	9,67 <sup>aA</sup>	<b>20,03</b> <sup>aA</sup>	<b>12,44</b> <sup>aB</sup>	13,24 <sup>aA</sup>	11,93 <sup>aA</sup>	1,72 <sup>aA</sup>	2,04 <sup>aA</sup>
2 <sup>a</sup>	Lote 0	<b>55,93</b> <sup>aA</sup>	<b>33,68</b> <sup>aB</sup>	<b>12,96</b> <sup>aA</sup>	<b>8,36</b> <sup>aB</sup>	<b>25,78</b> <sup>aA</sup>	<b>10,11</b> <sup>aB</sup>	14,30 <sup>aA</sup>	13,63 <sup>aA</sup>	1,86 <sup>aA</sup>	1,25 <sup>aA</sup>
	Lote 2	<b>56,03</b> <sup>aA</sup>	<b>32,88</b> <sup>aB</sup>	<b>13,46</b> <sup>aA</sup>	<b>8,27</b> <sup>aB</sup>	<b>24,28</b> <sup>abA</sup>	<b>9,77</b> <sup>aB</sup>	14,37 <sup>aA</sup>	12,98 <sup>aA</sup>	<b>2,68</b> <sup>aA</sup>	<b>1,48</b> <sup>aB</sup>
	Lote 3	<b>45,07</b> <sup>bA</sup>	<b>28,73</b> <sup>aB</sup>	<b>11,21</b> <sup>aA</sup>	<b>6,85</b> <sup>aB</sup>	<b>19,89</b> <sup>bA</sup>	<b>9,93</b> <sup>aB</sup>	11,68 <sup>aA</sup>	9,86 <sup>aA</sup>	1,21 <sup>bA</sup>	1,72 <sup>aA</sup>
3 <sup>a</sup>	Lote 0	41,92 <sup>aA</sup>	34,66 <sup>aA</sup>	9,51 <sup>aA</sup>	9,03 <sup>aA</sup>	<b>20,73</b> <sup>aA</sup>	<b>11,16</b> <sup>aB</sup>	9,58 <sup>aA</sup>	12,46 <sup>aA</sup>	1,09 <sup>bA</sup>	1,80 <sup>aA</sup>
	Lote 4	38,27 <sup>aA</sup>	35,36 <sup>aA</sup>	8,85 <sup>aA</sup>	9,05 <sup>aA</sup>	<b>16,58</b> <sup>aA</sup>	<b>11,32</b> <sup>aB</sup>	10,81 <sup>aA</sup>	12,84 <sup>aA</sup>	1,82 <sup>abA</sup>	1,78 <sup>aA</sup>
	Lote 5	<b>44,32</b> <sup>aA</sup>	<b>30,66</b> <sup>aB</sup>	<b>11,00</b> <sup>aA</sup>	<b>7,36</b> <sup>aB</sup>	<b>16,78</b> <sup>aA</sup>	<b>10,15</b> <sup>aB</sup>	12,48 <sup>aA</sup>	11,44 <sup>aA</sup>	<b>2,48</b> <sup>aA</sup>	<b>1,40</b> <sup>aB</sup>
	Média global	47,26	34,05	11,13	8,60	<b>20,71</b>	<b>11,10</b>	12,27	12,29	1,79	1,73
	Valor mínimo	30,65	25,10	6,54	6,21	29,00	7,46	8,50	7,40	0,45	0,80
	Valor máximo	57,90	44,53	14,27	12,21	13,61	14,56	15,65	16,05	2,83	3,03

Dentro de cada coleta e parte do fruto, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

Na Tabela 13 são mostrados os valores correspondentes à proporção dos componentes: casca, polpa, endocarpo e amêndoa obtidos experimentalmente e por outros autores. É importante ressaltar que para que fosse possível comparar os dados obtidos com os encontrados na literatura, foram utilizados apenas os lotes que não passaram por nenhum tratamento, ou seja, lote 0 e 1, considerando apenas os valores obtidos logo após a coleta (tempo “0”).

Tabela 13 - Proporção (%) de casca, polpa, endocarpo e amêndoa em relação ao fruto inteiro de Macaúba.

	Experimental	Farias <i>et al.</i> (2010)	Ocanha e Ferrari (2011)
Casca (%)	19,7 a 28,9	23,1	17,7 a 27,7
Polpa (%)	42,5 a 56,3	35,6	32,1 a 43,8
Endocarpo (%)	21,4 a 30,7	31,3	24,1 a 26,5
Amêndoa (%)	1,41 a 4,4	7,7	11,1 a 18,7

Considerando os resultados experimentais deste trabalho comparativamente aos da literatura, a primeira observação a ser feita é que neste trabalho os percentuais da polpa foram maiores que os da literatura, resultado que pode estar associado ao tempo de coleta do fruto após a queda. Com o tempo os frutos perdem umidade, portanto massa, o que é mais perceptível nas partes mais externas e principalmente na polpa. O efeito da umidade será mais bem discutido na análise dessa característica.

A segunda observação é referente ao valor da menor proporção da amêndoa obtida neste trabalho. O menor valor também pode ser uma consequência direta do maior percentual da polpa, que comparativamente afeta em maior grau a parte com o menor percentual de massa inicial. A terceira observação é a de que o percentual de endocarpo está de acordo com a faixa de valor obtida por Ocanha e Ferrari (2011), os quais utilizaram frutos coletados em plantas de populações de ocorrência espontânea no Estado de São Paulo.

A distribuição das massas de cada parte do fruto, de cada lote, logo após a coleta e tratamento e após os trinta dias de armazenamento pode ser vista na Figura 16. Os valores exatos encontram-se no Apêndice C.

Em todos os lotes a polpa corresponde a maior parte do fruto da Macaúba, seguida do endocarpo, casca e amêndoa. Nos lotes que passaram por secagem (lote 4 e 5) observa-se que a proporção de polpa foi menor que nos outros lotes, e conseqüentemente houve um aumento no percentual de amêndoa. Após o período de armazenamento, observa-se que para todos os casos houve uma diminuição da porcentagem de polpa, e um aumento do percentual do

endocarpo e da amêndoa, com exceção ao lote 2, no qual o percentual inicial da amêndoa foi maior que os demais e após os 30 dias foi menor que no tempo zero, situação atribuída a variabilidade do fruto. Considerando todos os lotes, após os trinta dias de armazenamento o percentual da polpa variou entre 30 a 36%, o do endocarpo entre 33 a 41%, da casca entre 24 e 27% e da amêndoa entre 3,8 a 6,5%. Esses resultados estão mais próximos com o encontrado na literatura (Tabela 13) e confirmam que o percentual de cada parte do fruto varia de acordo com o tempo decorrido após a coleta dos frutos. Assim, dados de percentuais mássicos devem vir acompanhados com os percentuais de umidade, os quais estão relacionados com o tempo decorrido após a queda do fruto.

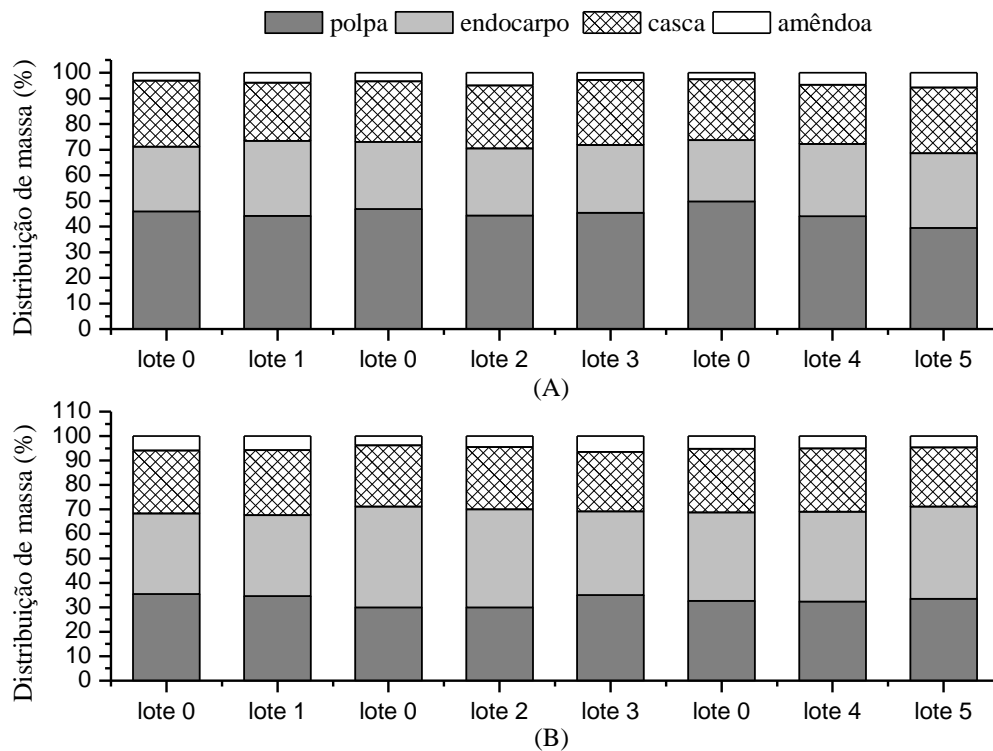


Figura 16 - Distribuição das massas em frutos de Macaúba: (A) após a coleta e tratamento; (B) após trinta dias de armazenamento. Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

O conhecimento prévio das características biométricas da matéria-prima é de extrema importância para o desenvolvimento de tecnologia associada à melhor forma de manuseio e beneficiamento do fruto, objetivando maiores rendimentos na produção. Por exemplo, o conhecimento das dimensões do fruto da Macaúba é útil para o desenvolvimento de equipamentos, visando o transporte, a separação das partes e a extração dos óleos, incluindo as peneiras, as despulpadoras e as prensas para extração do óleo (ARANTES *et al.*, 2010). Informações relacionadas com o percentual de polpa e amêndoa podem ser utilizadas para prever a produtividade de óleo, enquanto que as frações de casca e endocarpo são importantes porque essas partes podem ser usadas para a cogeração de energia (produção de carvão e briquetes) e na produção de carvão ativado (CICONINI *et al.*, 2013).

Nesta etapa, os frutos foram coletados com no máximo sete dias após a queda. Dessa forma, os frutos recém-colhidos tinham aspectos de frutos frescos, sendo que a maioria dos frutos não apresentaram rupturas aparentes na casca, mesmo os que caíram ao solo. A coloração do epicarpo variou entre marrom esverdeado, marrom amarelado e marrom escuro tanto nos frutos do tempo “0” quanto no tempo “30”, o que indica que só a cor do epicarpo não é suficiente para indicar o estágio de maturação dos frutos. Observou-se também que na maior parte dos frutos analisados no tempo “0”, a coloração dos pedúnculos apresentava tons de verde, ao contrário dos frutos analisados no tempo “30” que apresentaram na sua maioria pedúnculos amarelo-marrom. Uma tabela com a classificação dos frutos analisados quanto à aparência (lote 0 e 1) pode ser vista no Apêndice D.

Segundo Farias *et al.* (2009), a análise da coloração do epicarpo dos frutos da Macaúba não é determinante para indicar o estado de degradação dos frutos. No entanto, a coloração dos restos de inflorescência que envolve o pedúnculo dos frutos da Macaúba pode ser utilizada como um bom indicador do estado de degradação da polpa dos mesmos. Esse autor relata ainda que quando o pedúnculo e seu entorno apresentarem uma coloração esverdeada tendendo a coloração palha, indica, com grande possibilidade de acerto, que os frutos são recém-caídos e ainda apresentam um bom estado de conservação da polpa, possibilitando a obtenção de um óleo com índice de acidez baixo.

Apesar da aparência externa não variar muito com o passar do tempo de armazenamento, foi possível notar que o mesocarpo (polpa) ficou bem alterado após 30 dias de armazenamento. Os frutos do tempo “0” apresentaram uma polpa com um “bom” estado de conservação, tendo uma coloração amarelada e cheiro característico de fruto fresco. Os frutos do tempo “30” apresentaram um estado de degradação aparente mais avançado, com polpa de

coloração amarelo escuro com partes marrom, marrom-escuro, sendo que algumas polpas apresentaram coloração enegrecida e cheiro característico de fruto estragado.

Na Figura 17 pode-se ver o estado de degradação de alguns frutos após os 30 dias de armazenamento.

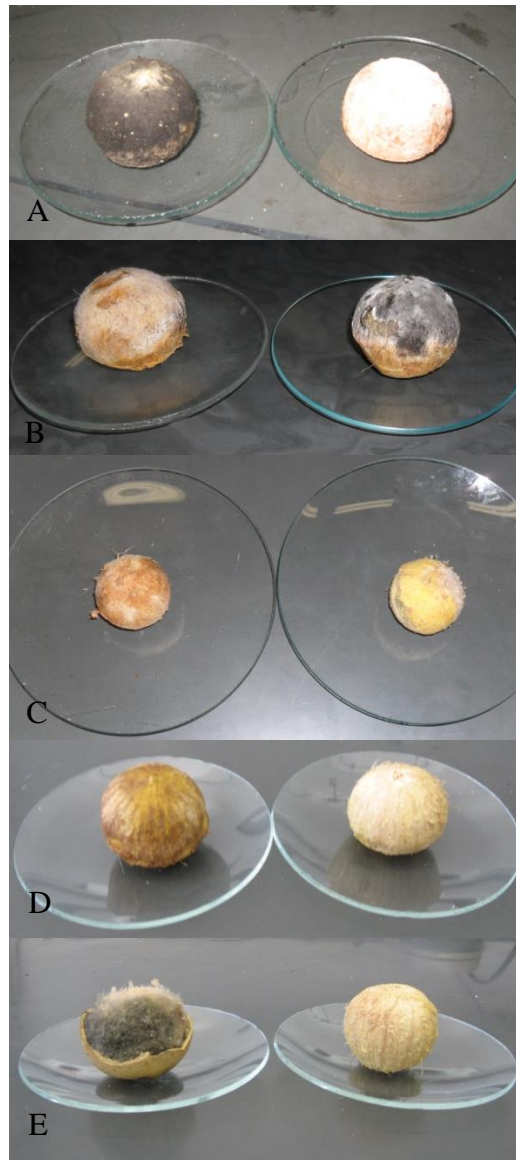


Figura 17 - Frutos da Macaúba após 30 dias de armazenamento: (A) Lote 0 da 2ª coleta; (B) Lote 0 da 1ª coleta; (C) Lote 2; (D) Lote 4 e (E) Lote 5. Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

### 5.1.1.2 Umidade das partes do fruto

A Tabela 14 mostra as médias dos valores de umidade encontrados na casca, polpa, endocarpo e amêndoa dos frutos de Macaúba. Não se pode avaliar o efeito que os diferentes tratamentos causaram na umidade, uma vez que em cada coleta, o comportamento foi diferente em cada parte do fruto. Entretanto, no tempo 0, nos lotes que passaram pela secagem (4 e 5), a umidade da casca, polpa e endocarpo diferem estatisticamente do lote controle (lote 0). Ainda em relação à polpa e casca, as umidades dos lotes onde houve a imersão em solução de hipoclorito de sódio para a higienização (lote 3 e 5) foram numericamente sempre maiores que as umidades dos lotes que sofreram tratamentos semelhantes, porém sem passar pela imersão (lote 2 e 4), o que pode indicar que o processo de higienização por imersão provoca uma absorção de umidade.

A umidade da polpa logo após a coleta nos lotes em que não houve tratamento prévio (lote 0 e 1) variou entre 38,7 e 42,23%. Os valores encontrados na literatura são bastante variados, provavelmente devido às diferenças na maturação dos frutos analisados e nas localidades que os frutos foram coletados, entretanto, os valores obtidos estão dentro da faixa encontrada. Em estudos realizados com Macaúbas coletadas no estado São Paulo por Ferrari *et al.* (2010) a polpa apresentou umidade variando de 27,9 a 47,7%. Silva *et al.* (2008) obteve um teor de umidade igual 34,32% em polpas de coco adquiridos em feiras populares e comércios locais de cidades no estado de Goiás. Em frutos colhidos no estado de Minas Gerais, o valor encontrado por Silva (2009) foi de 48,97%.

Os resultados da umidade da amêndoa nos lotes sem tratamento prévio variaram de 15,71 a 15,9%. Em uma avaliação química e nutricional da amêndoa da Macaúba, o teor de umidade encontrado por Hiane *et al.* (2006) foi igual a 6,5%. O valor obtido por Ocanha e Ferrari (2011) e Pimenta (2010) foi igual a 4,3% e 21,29% respectivamente. Os valores obtidos experimentalmente estão bem discrepantes da literatura, e provavelmente isso ocorre devido ao tempo de armazenamento dos frutos, uma vez que as análises realizadas neste trabalho foram feitas no fruto fresco, com no máximo 7 dias após a queda do cacho, sendo que nos trabalhos citados esse tempo não foi especificado.

Tabela 14 - Valores médios da umidade (%) das partes do fruto da Macaúba (safra 2011/2012) logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Umidade casca (%)		Umidade polpa (%)		Umidade endocarpo (%)		Umidade amêndoa (%)	
		Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30
1ª coleta	Lote 0	41,60 ± 0,43 <sup>aA</sup>	12,22 ± 0,31 <sup>bB</sup>	40,58 ± 1,05 <sup>aA</sup>	11,07 ± 4,59 <sup>aB</sup>	20,62 ± 1,44 <sup>aA</sup>	11,62 ± 0,79 <sup>aB</sup>	15,90 ± 0,52 <sup>aA</sup>	10,40 ± 0,24 <sup>aB</sup>
	Lote 1	38,72 ± 0,8 <sup>bA</sup>	13,43 ± 0,31 <sup>aB</sup>	38,7 ± 1,07 <sup>aA</sup>	9,48 ± 1,16 <sup>aB</sup>	17,16 ± 0,64 <sup>bA</sup>	10,07 ± 0,22 <sup>aB</sup>	15,71 ± 0,79 <sup>aA</sup>	10,77 ± 0,16 <sup>aB</sup>
2ª coleta	Lote 0	40,08 ± 0,43 <sup>bA</sup>	11,37 ± 1,2 <sup>bB</sup>	42,23 ± 2,22 <sup>abA</sup>	7,49 ± 0,66 <sup>aB</sup>	20,67 ± 2,50 <sup>aA</sup>	10,29 ± 1,21 <sup>aB</sup>	15,90 ± 0,48 <sup>bA</sup>	6,74 ± 0,06 <sup>abB</sup>
	Lote 2	40,64 ± 0,74 <sup>bA</sup>	13,45 ± 1,37 <sup>aB</sup>	39,31 ± 1,99 <sup>bA</sup>	8,97 ± 0,6 <sup>aB</sup>	19,27 ± 3,44 <sup>aA</sup>	9,57 ± 0,18 <sup>aB</sup>	17,79 ± 0,67 <sup>aA</sup>	7,40 ± 0,21 <sup>aB</sup>
	Lote 3	44,18 ± 0,29 <sup>aA</sup>	10,60 ± 0,2 <sup>bB</sup>	42,74 ± 2,02 <sup>aA</sup>	7,95 ± 0,75 <sup>aB</sup>	22,84 ± 1,76 <sup>aA</sup>	9,19 ± 0,28 <sup>aB</sup>	16,23 ± 0,20 <sup>bA</sup>	6,30 ± 0,14 <sup>bB</sup>
3ª coleta	Lote 0	44,11 ± 1,2 <sup>aA</sup>	10,13 ± 0,21 <sup>abB</sup>	41,75 ± 1,01 <sup>aA</sup>	7,86 ± 0,47 <sup>aB</sup>	29,93 ± 7,14 <sup>aA</sup>	12,51 ± 3,3 <sup>aB</sup>	-	8,89 ± 0,27
	Lote 4	20,18 ± 0,76 <sup>cA</sup>	11,07 ± 0,34 <sup>bB</sup>	31,86 ± 0,75 <sup>bA</sup>	6,61 ± 0,18 <sup>abB</sup>	15,99 ± 0,89 <sup>bA</sup>	10,94 ± 0,43 <sup>aA</sup>	14,95 ± 0,44 <sup>bA</sup>	8,06 ± 0,17 <sup>B</sup>
	Lote 5	27,90 ± 0,11 <sup>bA</sup>	9,65 ± 0,23 <sup>bB</sup>	32,85 ± 1,66 <sup>bA</sup>	5,56 ± 0,16 <sup>bB</sup>	17,09 ± 0,67 <sup>bA</sup>	9,91 ± 0,38 <sup>aB</sup>	15,58 ± 0,23 <sup>aA</sup>	6,76 ± 0,13 <sup>B</sup>

Dentro de cada coleta e parte do fruto, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

Na casca e no endocarpo, em ambos os frutos dos lotes 0 e 1, a umidade encontrada variou entre 38,72 e 44,11% e entre 17,16 e 29,93% respectivamente. A literatura apresenta poucas informações sobre essas partes do fruto, entretanto em trabalho realizado para avaliar o desenvolvimento de acidez livre nos frutos da Macaúba, Farias *et al.* (2010) encontraram um teor de umidade igual a 46,6% na casca.

Independentemente do tratamento pós-colheita recebido, verifica-se (Tabela 14) que em todas as partes do fruto houve redução da umidade após 30 dias de armazenamento.

Segundo SILVA *et al.* (2000), a colheita de frutos interrompe o suprimento de água para o órgão vegetal e, assim, a perda de água subsequente por transpiração determina em grande parte, a perda de massa desses produtos. O fenômeno perda de água ocorre pelo escapamento do vapor de água pelos tecidos da planta para o meio ambiente, em função da menor umidade relativa do ar.

Destaca-se que, conforme anteriormente descrito, a aparência externa do fruto nos tempos zero e 30 dias foi visualmente semelhante. Contudo, a retirada da casca permitiu a visualização aparente de um mesocarpo murcho e seco e com grande quantidade de fungos, conforme observado na Figura 17.

A redução do teor de umidade e voláteis de cada parte do fruto logo após a coleta e depois de 30 dias de armazenamento pode ser vista nas Figuras 18 a 21. Os maiores percentuais de perda de umidade foram encontrados nas partes polpa e casca. Ainda, observa-se que, independentemente do tratamento utilizado, pode-se obter um valor médio dessa redução ao longo de 30 dias, a saber:  $67,26\% \pm 9,99$  para a casca,  $79,07\% \pm 3,64$  para a polpa,  $47,14 \pm 9,38$  para o endocarpo e  $49,42\% \pm 12,19$  para a amêndoa.

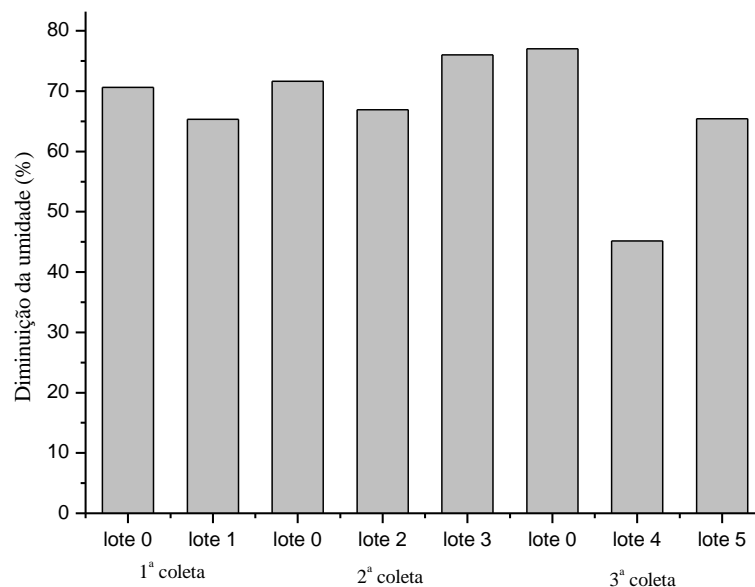


Figura 18 - Redução do teor de umidade e voláteis da casca em frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

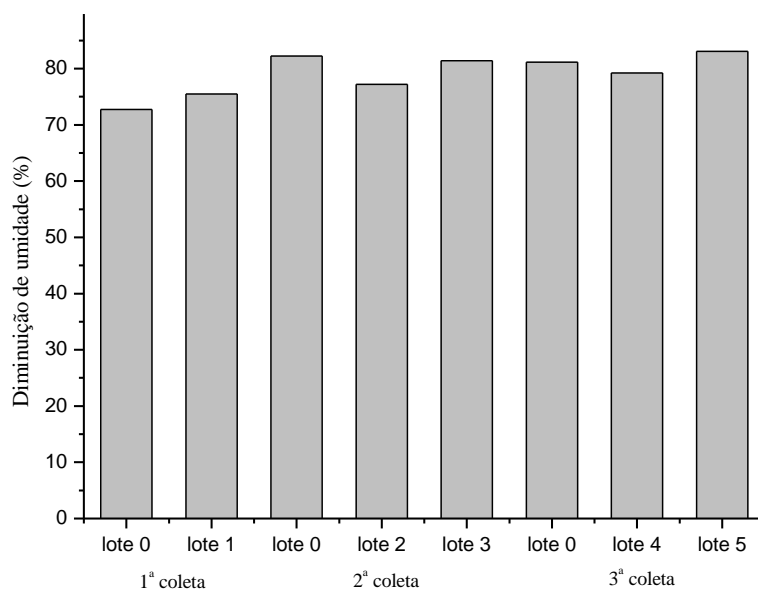


Figura 19 - Redução do teor de umidade e voláteis da polpa em frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

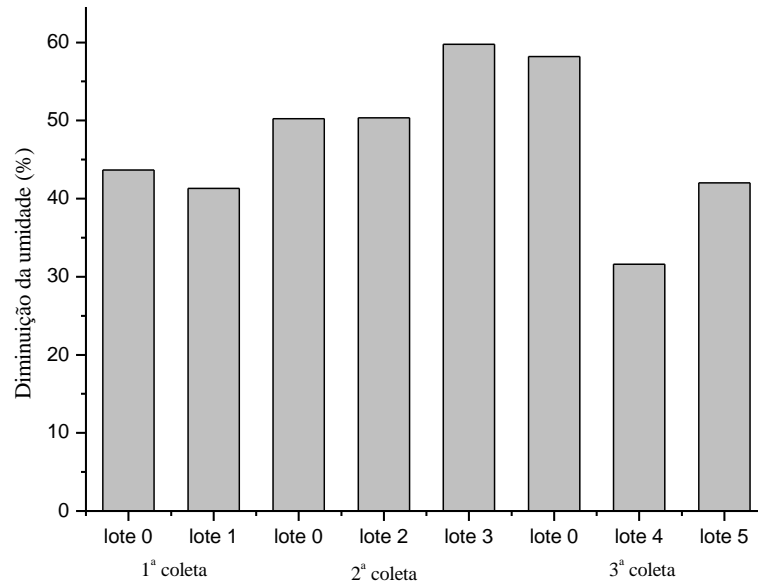


Figura 20 - Redução do teor de umidade e voláteis do endocarpo de frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

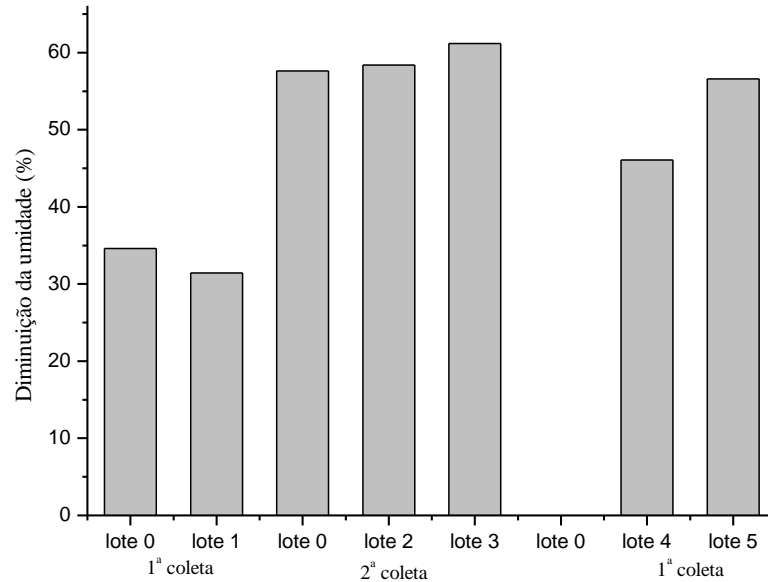


Figura 21 - Redução do teor de umidade e voláteis da amêndoa de frutos de Macaúba armazenados em condição ambiente por 30 dias (safra 2011/2012). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60°C por 24 h.

### 5.1.1.3 Teor de óleo

A Tabela 15 mostra as médias dos teores de óleo, em base seca, encontrados na polpa, amêndoa e casca. No tempo 0, não se pode afirmar que os diferentes tratamentos pós-colheita utilizados proporcionam o aumento ou a diminuição do teor de óleo na polpa, casca e amêndoa, uma vez que não houve um padrão pelo teste de Tukey. Contudo, pode-se relatar que como a medida é efetuada em base seca, o que se espera é que não haja influência dos tratamentos no teor de óleo dos frutos, sendo que as diferenças podem ser atribuídas à variabilidade natural das características dos frutos.

Logo após a coleta e tratamento (tempo 0), o teor de óleo em base seca, da polpa dos lotes que não receberam nenhum tratamento pós-colheita (0 e 1) variou de 49,79 a 56,88%. Farias *et al.* (2010) encontrou valor próximo, 48,4%. Entretanto, os valores obtidos neste trabalho foram superiores aos encontrados por Ciconini *et al.* (2013) em frutos de quatro regiões distintas do estado de Mato Grosso do Sul, cujo teor médio de óleo em base seca foi de 25,07%. Destaca-se que há a possibilidade das Macaúbas localizada em Mato Grosso do sul serem de variedade diferente das analisadas neste trabalho (*Acrocomia aculeata sclerocarpa*), o que pode justificar essa diferença no teor de óleo.

Na amêndoa, também dos lotes 0 e 1, obteve-se um teor de óleo entre 46,5% e 53,41% (Tabela 15). Estes valores foram inferiores ao valor encontrado por Ocanha e Ferrari (2011) que obteve um valor igual a 61%.

Os teores de óleo da casca dos lotes 0 e 1 logo após a coleta (tempo 0) variaram entre 9,43 e 13,57% e estão de acordo com o encontrado por Cetec (1983) que foi igual a 9,8% em base seca.

Numericamente, após os 30 dias de armazenamento, houve um aumento do teor de óleo da casca e da polpa para a maioria dos lotes, enquanto que o teor de óleo da amêndoa diminuiu para a maioria dos lotes (Tabela 15). Ao se fazer o teste de Tukey para a comparação das médias, utilizando 5% de significância, observa-se em alguns casos que houve uma diferença estatística relevante, destacada em negrito. Ainda, considerando todas as partes (casca, polpa e amêndoa) não há como estabelecer um padrão para os lotes em que as médias do tempo 0 e 30 possuem diferença significativa.

Tabela 15 - Valores médios do teor de óleo em base seca (%) da casca, polpa e amêndoa de frutos da safra 2011/2012 logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Casca		Polpa		Amêndoa	
		Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30
1ª Coleta	Lote 0	<b>11,38 ± 0,47</b> <sup>aB</sup>	<b>16,99 ± 1,84</b> <sup>aA</sup>	<b>53,39 ± 0,74</b> <sup>aB</sup>	<b>62,93 ± 0,87</b> <sup>aA</sup>	<b>49,04 ± 1,16</b> <sup>bA</sup>	<b>44,12 ± 0,97</b> <sup>aB</sup>
	Lote1	9,43 ± 1,17 <sup>aA</sup>	11,52 ± 1,14 <sup>bA</sup>	<b>49,79 ± 1,03</b> <sup>bB</sup>	<b>58,86 ± 3,03</b> <sup>bA</sup>	<b>53,41 ± 0,49</b> <sup>aA</sup>	<b>44,14 ± 1,33</b> <sup>aB</sup>
2ª Coleta	Lote0	13,57 ± 1,1 <sup>aA</sup>	14,04 ± 2,32 <sup>aA</sup>	<b>56,88 ± 0,73</b> <sup>aB</sup>	<b>65,77 ± 0,34</b> <sup>bA</sup>	52,91 ± 1,05 <sup>aA</sup>	46,81 ± 3,33 <sup>aA</sup>
	Lote2	13,57 ± 1,68 <sup>aA</sup>	12,66 ± 0,86 <sup>aA</sup>	<b>55,69 ± 0,92</b> <sup>abB</sup>	<b>63,87 ± 1,32</b> <sup>bA</sup>	53,29 ± 1,92 <sup>aA</sup>	47,39 ± 2,06 <sup>aA</sup>
	Lote3	11,88 ± 0,60 <sup>aA</sup>	11,22 ± 0,90 <sup>aA</sup>	<b>53,89 ± 0,79</b> <sup>bB</sup>	<b>56,15 ± 1,71</b> <sup>bA</sup>	<b>51,42 ± 10,0</b> <sup>aA</sup>	<b>40,22 ± 2,82</b> <sup>aB</sup>
3ª Coleta	Lote 0	<b>12,31 ± 1,69</b> <sup>bB</sup>	<b>14,63 ± 1,06</b> <sup>abA</sup>	53,98 ± 2,15 <sup>aA</sup>	54,17 ± 7,4 <sup>bA</sup>	46,5 ± 1,13 <sup>aA</sup>	46,16 ± 2,03 <sup>aA</sup>
	Lote 4	16,11 ± 1,28 <sup>aA</sup>	16,04 ± 0,69 <sup>bA</sup>	<b>51,58 ± 2,69</b> <sup>aB</sup>	<b>61,82 ± 1,08</b> <sup>aA</sup>	47,80 ± 1,1 <sup>aA</sup>	46,36 ± 3,72 <sup>aA</sup>
	Lote5	12,92 ± 0,13 <sup>bA</sup>	13,52 ± 0,62 <sup>bA</sup>	<b>52,97 ± 0,29</b> <sup>aB</sup>	<b>60,75 ± 0,9</b> <sup>aA</sup>	45,96 ± 1,79 <sup>aA</sup>	46,12 ± 2,03 <sup>aA</sup>

Dentro de cada coleta e parte do fruto, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

#### 5.1.1.4 Acidez titulável da polpa

A acidez titulável tem sido determinada com frequência em trabalhos que realizam análises físico-químicas para avaliar a qualidade de alimentos de origem vegetal, assim como os de origem animal (SOUZA *et al.*, 2010). Neste trabalho a acidez titulável também foi utilizada como parâmetro para avaliar o efeito dos tratamentos testados na manutenção da qualidade da polpa. A Tabela 16 mostra as médias da acidez titulável da polpa logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e a variação da acidez titulável após trinta dias de armazenamento.

Tabela 16 - Valores médios da acidez titulável (% v/m) da polpa da Macaúba (safra 2011/2012) logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1ª coleta	0	4,77 ± 0,33 <sup>ab</sup>	21,81 ± 1,26 <sup>aA</sup>
	1	3,95 ± 0,24 <sup>ab</sup>	18,48 ± 0,62 <sup>bA</sup>
2ª coleta	0	1,29 ± 0,12 <sup>ab</sup>	19,0 ± 0,19 <sup>bA</sup>
	2	1,77 ± 0,11 <sup>ab</sup>	15,13 ± 0,41 <sup>cA</sup>
	3	1,50 ± 0,11 <sup>ab</sup>	23,93 ± 0,47 <sup>aA</sup>
3ª coleta	0	1,46 ± 0,11 <sup>bB</sup>	35,27 ± 0,08 <sup>aA</sup>
	4	1,79 ± 0,33 <sup>bB</sup>	8,51 ± 0,22 <sup>bA</sup>
	5	3,66 ± 0,75 <sup>ab</sup>	6,47 ± 0,66 <sup>cA</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60 °C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60 °C por 24 h.

No tempo 0, os frutos da primeira coleta apresentaram maior acidez titulável, o que indica que os frutos podem apresentar características diferentes a cada coleta. Ainda nessa coleta, nota-se que a utilização do coletor não influenciou a acidez titulável da polpa, uma vez que de acordo com o teste de Tukey, os valores não apresentaram diferença significativa. Na terceira coleta, a polpa dos frutos que passaram por higienização e posterior secagem (lote 5) apresentaram maior acidez titulável em relação aos frutos que foram secos sem passar por nenhum processo de limpeza (lote 4). O uso do hipoclorito de sódio, que é um agente oxidante, associado à temperatura de secagem pode ter desencadeado reações de oxidação que levaram ao aumento da acidez titulável da polpa. No entanto, não foi encontrado na literatura

nenhum relato que explica este mecanismo. Os valores obtidos nos frutos deste trabalho foram maiores do que o encontrado por Lescano et al. (2015) em frutos coletados no Mato Grosso do Sul, cuja acidez titulável da polpa foi igual a 0,27%.

Após 30 dias de armazenamento, observou-se que independente do tratamento pós-colheita recebido, todos os lotes, apresentaram um aumento da acidez titulável, e esse aumento (%) pode ser visto na Figura 22

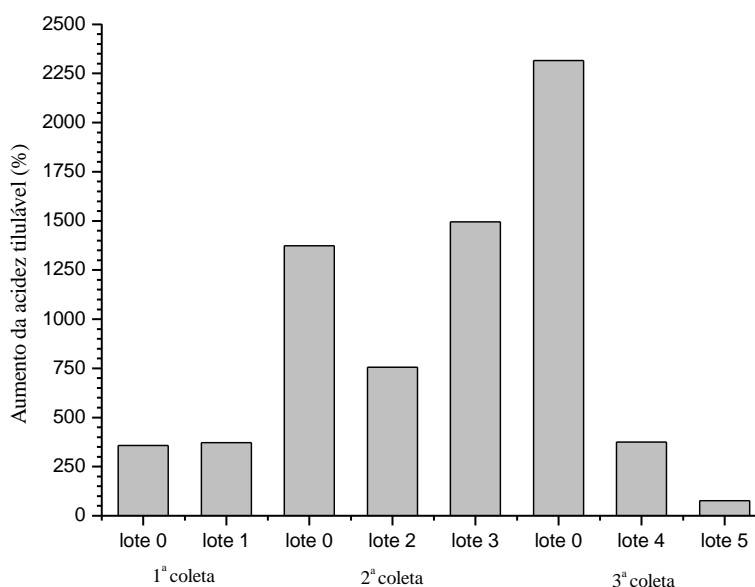


Figura 22 - Aumento (%) da acidez titulável da polpa de Macaúba após 30 dias de armazenamento (safra 2011/2012). Lote 0: caídos ao chão; Lote 1: coletor; Lote 2: coletor e lavados com água; Lote 3: coletor e higienizados com hipoclorito de sódio; Lote 4: coletor e secos a 60°C por 24 h; Lote 5: coletor, higienizados com hipoclorito e secos a 60°C por 24 h.

Ressalta-se que, por meio da determinação da acidez titulável pode-se obter dados valiosos do estado de conservação dos frutos, sendo que a análise do aumento da acidez pode se constituir em método para indicar o grau de deterioração do fruto. É importante destacar que da polpa do fruto da Macaúba podem ser obtidos diferentes produtos, a saber: a própria polpa que pode ser direcionada para a produção de farinhas diversas, conservas doces ou salgadas e outros alimentos (OLIVEIRA *et al.*, 2013); o óleo extraído da polpa para variadas finalidades descritas neste trabalho e; a torta residual do processo de extração de óleo, que também pode ser utilizada como ingrediente para a produção de alimentos e rações, entre outros (SILVEIRA *et al.*, 2014). Em todos esses casos, deve ser levar em consideração o estado de conservação da polpa do fruto da Macaúba.

Os resultados indicam que os tratamentos contendo o processo de secagem lotes 4 e 5, foram os que proporcionaram um maior controle do aumento de acidez da polpa no período de 30 dias. O processo de secagem associada com a higienização prévia com hipoclorito de sódio foi positivo indicando que esse procedimento pode propiciar um melhor controle sobre a aceleração do processo de acidificação da polpa. Por outro lado, verificou-se que somente a lavagem com água ou higienização com hipoclorito de sódio não se constituiu em um método eficaz para o controle da acidez da polpa do fruto. Ainda, relativo ao uso do coletor, o uso do mesmo não indicou uma melhoria comparativa para a situação de coleta semanal de frutos.

Diante desses resultados, neste trabalho optou-se por continuar análises semelhantes na próxima safra, porém comparando-se as situações de sem tratamento prévio com as de higienização por imersão rápida em solução com hipoclorito de sódio 2%, efetuando-se duas situações de secagem: frutos secos a temperatura ambiente e frutos secos em estufa a 60° C por 24 h, conforme descritos a seguir:

- Lote 1 - frutos armazenados sem tratamento prévio;
- Lote 2 - frutos lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio (2 % de cloro ativo) e secos à temperatura ambiente;
- Lote 3 – frutos lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio (2 % de cloro ativo) e secos na estufa a 60 °C por 24 h.

## **5.1.2 Avaliação de frutos coletados em duas localidades da grande BH**

### *5.1.2.1 Biometria dos frutos*

Como na etapa anterior as médias dos diâmetros longitudinais e transversais praticamente não apresentaram diferença significativa, e a variação da massa foi atribuída principalmente à perda de umidade devido ao tempo de armazenamento, nesta safra a biometria dos frutos foi feita apenas na primeira coleta e no tempo 0, sendo todas as medidas (diâmetros e massa das partes) feitas após cada tratamento pós-colheita.

A Tabela 17 mostra os diâmetros médios encontrados logo após a coleta e tratamento. Observou-se que nem a utilização de água no tratamento do lote 2 e nem a secagem feita no lote 3 provocaram diferença significativa nos diâmetros longitudinais e transversais dos frutos, corroborando o resultado do trabalho efetuado na safra anterior, que provavelmente ocorre devido a estrutura rígida da casca.

Tabela 17 - Médias dos diâmetros (mm) longitudinal e transversal dos frutos coletados em Taquaraçu de Minas após a coleta e tratamento.

Lote	Longitudinal (altura)	Transversal (largura)
1	39,42 ± 1,41 a	40,40 ± 0,98 a
2	38,99 ± 1,95 a	41,04 ± 2,15 a
3	39,22 ± 0,40 a	39,94 ± 0,45 a

Médias na mesma coluna seguidas de letras iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do cacho; Lote 2: cacho lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio secos à temperatura ambiente; Lote 3: cacho lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Considerando a variação do menor para o maior, o diâmetro longitudinal variou de 37,5 a 41,19 mm e o diâmetro transversal variou de 38,99 a 43,28 mm, sendo estes, no geral, menores que os frutos coletados em Belo Horizonte no campus da UFMG, que apresentaram diâmetro longitudinal (comprimento ou altura) variando entre 39,61 a 46,19 mm, e diâmetro transversal (largura) entre 39,28 e 47,29 mm. Essa diferença de tamanho pode ser devido ao fato dos frutos terem sido coletados de plantas e locais distintos, pois diferentemente da primeira safra, nesta safra os cachos foram coletados no município de Taquaraçu de Minas. Com o objetivo de avaliar a diversidade entre as populações nativas de Macaúba, Ciconini *et al.* (2013) estudou a biometria e o teor de óleo de frutos obtidos em Macaúbas nativas de diferentes locais, sendo duas cidades representando o Cerrado Brasileiro (Campo Grande - CG e São Gabriel do Oeste - SGO), e outras duas representando o Pantanal (Corumbá - CO e Aquidauana - AQ), e verificou que os frutos obtidos em regiões distintas apresentaram dimensões diferentes.

A massa total e de cada parte do fruto logo após a coleta e tratamento pode ser vista na Tabela 18. Nota-se que, como o esperado devido aos menores tamanhos, os frutos dessa

coleta apresentaram massa total menor do que os frutos coletados em Belo Horizonte na etapa anterior, que apresentaram massa total média em torno de 47,26 g (Tabela 12).

A massa da casca e da polpa do lote 3 diferem estatisticamente dos outros dois lotes, resultado atribuído a perda de umidade no processo de secagem. Não houve diferença estatisticamente significativa entre as massas do endocarpo e da amêndoa, sendo um indicativo de que o tempo de secagem não foi suficiente para retirar umidade dessas partes.

Tabela 18 - Médias das massas (g) totais e das partes dos frutos coletados em Taquaraçú de Minas após a coleta e tratamento.

Lote	Total	Casca	Polpa	Endocarpo	Amêndoa
1	36,77 ± 2,78 <sup>ab</sup>	8,67 ± 0,29 <sup>a</sup>	14,35 ± 0,99 <sup>a</sup>	11,27 ± 1,40 <sup>a</sup>	1,84 ± 0,09 <sup>a</sup>
2	38,39 ± 4,56 <sup>a</sup>	9,36 ± 0,85 <sup>a</sup>	14,27 ± 1,52 <sup>a</sup>	11,65 ± 2,26 <sup>a</sup>	2,18 ± 0,32 <sup>a</sup>
3	29,93 ± 0,77 <sup>b</sup>	6,81 ± 0,36 <sup>b</sup>	10,50 ± 0,66 <sup>b</sup>	10,38 ± 0,45 <sup>a</sup>	2,04 ± 0,27 <sup>a</sup>

Médias na mesma coluna seguidas de letras iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do cacho; Lote 2: cacho lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio secos à temperatura ambiente; Lote 3: cacho lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Os frutos de Taquaraçú de Minas apresentaram massa total maior do que os frutos analisados por Ciconini *et al.* (2013) em Campo Grande, Aquidauana e Corumbá, cuja massa predominante ficou entre 12,0 e 23,5 g.

Machado *et al.* (2014) analisaram frutos de Macaúba obtidos na região de Contagem que apresentaram massa total igual 66,76 g, sendo esse valor maior do que o obtido tanto na primeira safra, com frutos coletados em Belo Horizonte, como na segunda, com os frutos de Taquaraçú de Minas.

A Tabela 19 mostra a faixa de valores da proporção de cada parte do fruto em relação à massa total, comparando-se os dados obtidos nesta safra (coletados em Taquaraçú de Minas), com os dados obtidos na safra anterior (coletados no campus da UFMG em Belo Horizonte) e obtidos por Ciconini *et al.* (2013).

Tabela 19 - Proporção (%) de casca, polpa, endocarpo e amêndoa presentes no fruto da Macaúba de diferentes safras e locais de coleta.

	Belo Horizonte (2011/2012)	Taquaraçú de Minas (2012/2103)	Ciconini <i>et al.</i> (2013).
Casca (%)	19,7 a 28,9	22,2 a 26,2	17,9 a 20,6
Polpa (%)	42,5 a 56,3	33,5 a 40,3	44,8 a 51,2
Endocarpo (%)	21,4 a 30,7	29,5 a 36,6	23,3 a 30, 2
Amêndoa (%)	1,4 a 4,4	4,5 a 7,7	4,9 a 6,7

Informações sobre parâmetros biométricos e proporções das partes do fruto são importantes para o melhoramento genético e para o cultivo comercial, podendo ser úteis para encontrar materiais com algumas características desejadas. As Macaúbas obtidas em Taquaraçú de Minas foram as que apresentaram a menor proporção de polpa, e isso é um ponto negativo quando se objetiva produzir óleo a partir da polpa.

#### 5.1.2.2 Umidade

A Tabela 20 mostra a média das umidades da casca, polpa e amêndoa, tanto da coleta realizada em Taquaraçú de Minas como das duas coletas realizadas em Belo Horizonte. Logo após a coleta e tratamento (tempo 0), a umidade da polpa e da casca do lote que passou por secagem foi menor que dos outros lotes, tanto nos frutos coletados em Taquaraçú de Minas quanto nos frutos coletados em Belo Horizonte, resultado esperado devido ao processo de secagem. Em relação à análise dos lotes 1 e 2, verificou-se que em nenhuma das coletas houve diferença significativa entre a umidade da casca, porém observou-se diferença significativa entre a umidade da polpa nos frutos de Taquaraçú de Minas e nos frutos da segunda coleta realizada em Belo Horizonte, o que não permite concluir se a imersão rápida em hipoclorito de sódio acarreta em absorção de água pelo fruto. Em relação à umidade da amêndoa, não foram observadas diferenças significativas entre os diferentes lotes.

Tabela 20 - Valores médios de umidade (%) da casca, polpa e amêndoa de frutos de Macaúba de Taquaraçú de Minas e Belo Horizonte logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Casca		Polpa		Amêndoa	
		Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30
Taquaraçú de Minas	Lote 1	50,76 ± 0,52 <sup>aA</sup>	10,22 ± 0,10 <sup>aB</sup>	48,36 ± 0,85 <sup>bA</sup>	6,08 ± 0,39 <sup>ab</sup>	15,94 ± 0,21 <sup>aA</sup>	4,45 ± 0,10 <sup>ab</sup>
	Lote2	50,68 ± 0,67 <sup>aA</sup>	9,94 ± 0,08 <sup>ab</sup>	51,01 ± 0,54 <sup>aA</sup>	5,76 ± 0,38 <sup>ab</sup>	16,44 ± 0,62 <sup>aA</sup>	4,27 ± 0,10 <sup>ab</sup>
	Lote 3	38,68 ± 0,84 <sup>bA</sup>	10,43 ± 0,05 <sup>ab</sup>	38,36 ± 0,17 <sup>cA</sup>	6,29 ± 0,11 <sup>ab</sup>	16,09 ± 0,50 <sup>aA</sup>	3,70 ± 0,10 <sup>ab</sup>
Belo Horizonte (1ª coleta)	Lote1	46,27 ± 1,76 <sup>aA</sup>	29,99 ± 0,61 <sup>aB</sup>	47,40 ± 0,54 <sup>aA</sup>	27,54 ± 2,01 <sup>ab</sup>	-	-
	Lote2	45,93 ± 0,27 <sup>aA</sup>	25,13 ± 0,26 <sup>bB</sup>	46,20 ± 0,66 <sup>aA</sup>	20,66 ± 0,45 <sup>bB</sup>	-	-
	Lote3	30,01 ± 1,80 <sup>bA</sup>	21,97 ± 0,86 <sup>cB</sup>	38,27 ± 1,20 <sup>bA</sup>	18,50 ± 0,83 <sup>bB</sup>	-	-
Belo Horizonte (2ª coleta)	Lote 1	45,00 ± 0,49 <sup>aA</sup>	13,12 ± 0,25 <sup>ab</sup>	40,27 ± 0,47 <sup>bA</sup>	7,02 ± 0,32 <sup>ab</sup>	-	-
	Lote 2	44,57 ± 0,45 <sup>aA</sup>	12,23 ± 0,43 <sup>ab</sup>	42,15 ± 1,43 <sup>aA</sup>	7,66 ± 0,20 <sup>ab</sup>	-	-
	Lote 3	28,45 ± 9,46 <sup>bA</sup>	11,57 ± 0,1 <sup>ab</sup>	31,76 ± 1,38 <sup>cA</sup>	7,43 ± 0,23 <sup>ab</sup>	-	-

Dentro de cada coleta e parte do fruto, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do cacho/chão; Lote 2: cacho/chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: cacho/chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

De maneira geral, a umidade inicial da casca e da polpa dos frutos coletados em Taquaraçú de Minas foram maiores do que nos frutos coletados em Belo Horizonte, o que é um indicativo de que os frutos ainda não estavam na maturação ideal no momento da retirada do cacho. Segundo Duarte et al. (2012) a umidade nos frutos de macaúba pode variar de acordo com o período de coleta, sendo que os frutos imaturos apresentam uma maior umidade.

Conforme Tabela 20, após 30 dias de armazenamento (tempo 30), não houve diferença significativa na umidade da casca e polpa dos diferentes lotes de cada coleta, exceto nos frutos obtidos na primeira coleta realizada em Belo Horizonte, em que não foi observado o mesmo comportamento. Em relação à umidade da amêndoa, não houve diferença significativa entre os lotes tanto no tempo 0 quanto no tempo 30.

Em todos os lotes após a coleta e em todas as partes do fruto a redução da umidade após 30 dias de armazenamento foi significativa, condição indicada na Tabela 20. Portanto conclui-se, que durante o armazenamento, até mesmo a amêndoa que é a parte mais protegida da Macaúba está susceptível às alterações em suas características físico-químicas. A variação, em %, da umidade de cada parte do fruto após os 30 dias de armazenamento pode ser visualizada nas Figura 23 e Figura 24.

Nota-se que em todos os casos a redução de umidade da polpa foi maior que a da casca, e isso provavelmente ocorre devido à migração da água da polpa para a casca durante o processo de perda de umidade.

Destaca-se que como os frutos provenientes de Taquaraçú de Minas tinham uma umidade inicial maior, o percentual de diminuição dessa umidade também foi maior, resultado esperado em função da existência de maior força motriz para o processo de secagem natural dos frutos. De acordo com a Figura 23, a média desse percentual foi de  $77,76\% \pm 4,10$  para a casca,  $86,58\% \pm 2,66$  para a polpa e  $74,37\% \pm 2,48$  para a amêndoa, sendo estes valores superiores aos das coletas realizadas em Belo Horizonte, tanto nesta safra como na safra anterior.

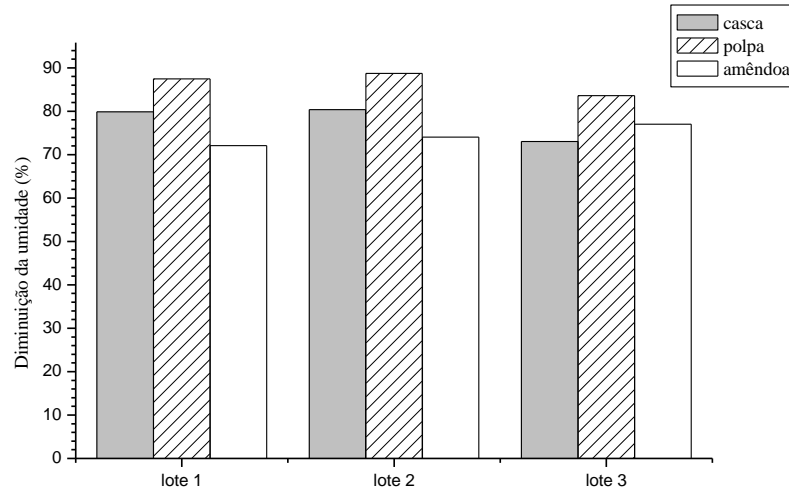


Figura 23 - Diminuição da umidade (%) das partes do fruto após trinta dias de armazenamento (coleta em Taquaraçu de Minas). Lote 1: coletados do cacho; Lote 2: cacho lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: cacho lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

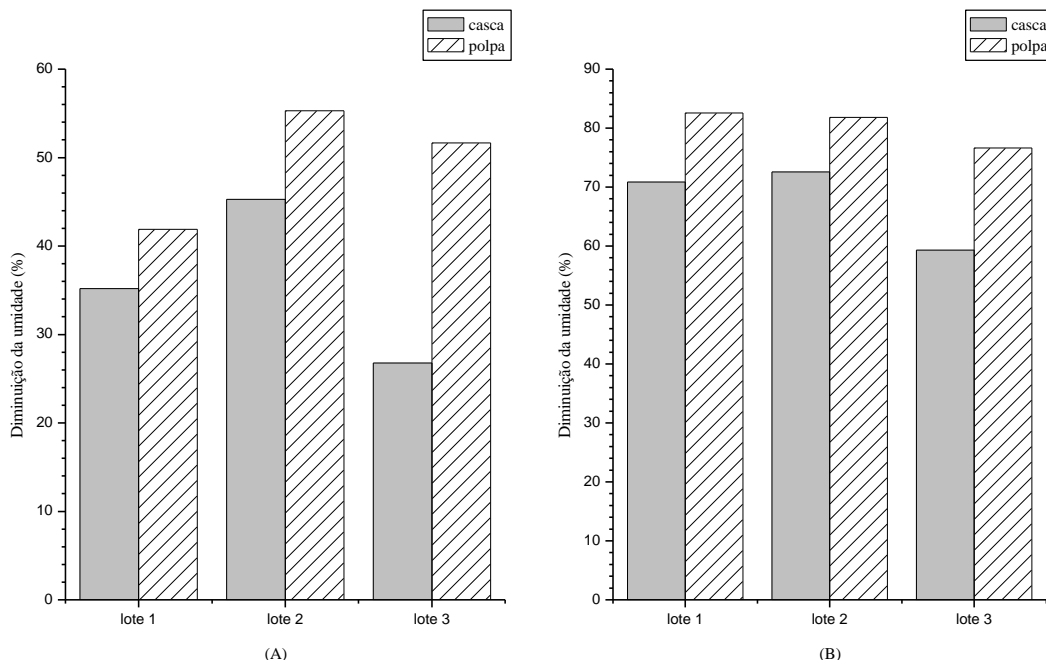


Figura 24 - Diminuição da umidade (%) das partes do fruto após trinta dias de armazenamento (safra 2012/2013): (A) primeira coleta em Belo Horizonte; (B) segunda coleta em Belo Horizonte. Lote 1: coletados do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

### 5.1.2.3 Acidez titulável da polpa

A Tabela 21 mostra as médias da acidez titulável da polpa determinadas logo após cada coleta e após o período de armazenamento.

Tabela 21 - Valores médios de acidez titulável da polpa (% v/m) de Macaúbas de Taquaraçu de Minas e Belo Horizonte logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Tempo 0	Tempo 30	Aumento (%)
Taquaraçu de Minas	Lote 1	0,43 ± 0,06 <sup>ab</sup>	15,78 ± 0,25 <sup>aA</sup>	3569,77
	Lote 2	0,35 ± 0,05 <sup>ab</sup>	7,64 ± 0,34 <sup>bA</sup>	2082,86
	Lote 3	1,09 ± 0,11 <sup>bb</sup>	5,41 ± 0,48 <sup>cA</sup>	396,33
Belo Horizonte (1ª coleta)	Lote 1	0,99 ± 0,11 <sup>ab</sup>	26,36 ± 0,77 <sup>aA</sup>	2562,63
	Lote 2	0,87 ± 0,19 <sup>ab</sup>	19,51 ± 1,01 <sup>bA</sup>	2142,53
	Lote 3	1,20 ± 0,02 <sup>ab</sup>	17,12 ± 0,51 <sup>cA</sup>	1326,67
Belo Horizonte (2ª coleta)	Lote 1	0,49 ± 0,03 <sup>ab</sup>	34,59 ± 1,11 <sup>aA</sup>	6959,18
	Lote 2	0,42 ± 0,11 <sup>ab</sup>	21,23 ± 1,51 <sup>bA</sup>	4954,76
	Lote 3	0,93 ± 0,09 <sup>ab</sup>	16,87 ± 1,07 <sup>cA</sup>	1713,98

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

Lote 1: coletados diretamente do cacho/chão; Lote 2: cacho/chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: cacho/chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Apenas na coleta realizada em Taquaraçu de Minas a acidez titulável da polpa do lote que recebeu tratamento térmico apresentou diferença significativa em relação aos outros dois lotes, no tempo 0. Entretanto, numericamente a acidez do lote que passou pela secagem foi sempre maior que a dos outros lotes. Essa maior acidez inicial pode ser um indicativo que o binômio tempo-temperatura utilizado (60°C por 24h) favoreceu alguma reação (seja por hidrólise ou oxidação) levando a esse aumento da acidez titulável da polpa, conforme mencionado nos resultados obtidos na primeira safra deste trabalho. Em geral, a acidez inicial dos frutos em todas as coletas ficou na faixa de 1% ou abaixo desse valor, sendo um indicativo que a coleta no prazo de sete dias após a queda pode ser recomendada.

Em todos os casos, houve um aumento significativo da acidez titulável da polpa após os 30 dias de armazenamento. Segundo MAGRO (2006) o aumento da acidez está relacionada

com processo de decomposição do alimento, seja por hidrólise, oxidação ou fermentação. Fatores como umidade e contaminação por microrganismos podem facilitar à deterioração do alimento, o que pode explicar as diferenças dos valores de acidez obtidos em cada coleta após o armazenamento. Apesar da acidez inicial do lote 3 ser sempre maior que a dos outros lotes, observa-se que este lote foi o que apresentou o menor aumento da acidez em todas as coletas, seguido pelo lote 2.

Considerando todos os lotes e todas as coletas o aumento da acidez titulável da polpa ficou entre cerca de 400 a 7000%, sendo que os lotes que não passaram por nenhum tratamento pós-colheita (lote 1), apesar de apresentarem uma acidez inicial mais baixa, tiveram os maiores aumentos de acidez. A menor umidade inicial do lote que passou por secagem (lote 3) pode ter retardado o processo de decomposição da polpa, acarretando em uma menor acidez. Os Box-Plot descritos nas Figuras 25 a 27 respaldam as informações e interpretações sobre a influência dos tratamentos sofridos por cada lote e pelo tempo.

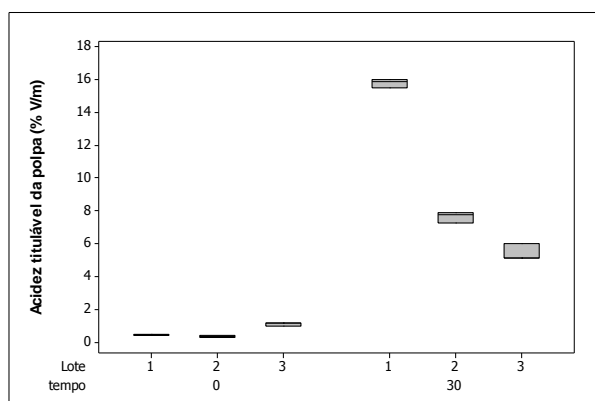


Figura 25 - Blox-Plot da acidez titulável da polpa versus lote versus tempo (frutos coletados em Taquaraçú de Minas).

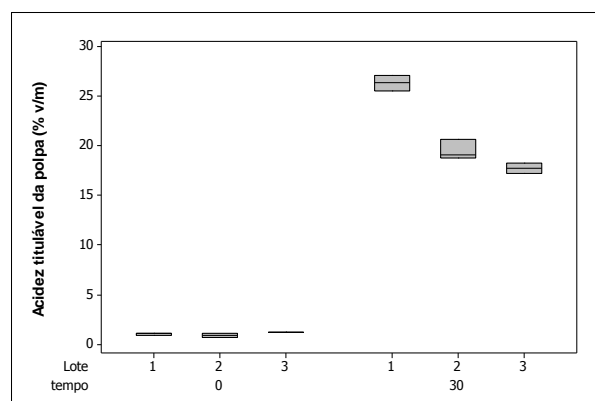


Figura 26 – Blox-Plot da acidez titulável da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta em Belo Horizonte).

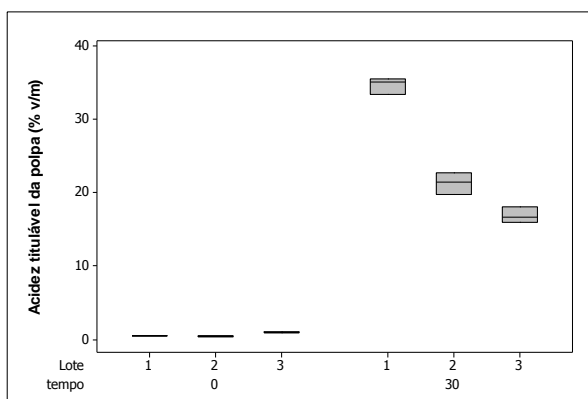


Figura 27- Blox-Plot da acidez titulável da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta em Belo Horizonte).

Os resultados desta safra corroboram com os obtidos na primeira safra, pois a secagem por 24 h proporcionou um maior controle do processo de acidificação da polpa. Contudo, há que se destacar que o tratamento de secagem por 24 horas não foi eficaz para a redução do teor de umidade que garantisse uma eficiência na manutenção dos valores de acidez da polpa mais próximos aos iniciais. Assim, processos de secagem com baixo custo para ampla aplicação industrial devem ser objeto de futuras pesquisas.

#### 5.1.2.4 Teor de óleo

As médias dos teores de óleo da polpa, casca e amêndoa dos frutos coletados em Taquaraçú de Minas encontram-se na Tabela 22 e as médias dos teores de óleo da polpa dos frutos obtidos em Belo Horizonte estão indicadas na Tabela 23. Não se pode afirmar a maneira que os diferentes tratamentos influenciaram no teor de óleo, uma vez que cada parte do fruto apresentou um comportamento diferente. Portanto, a variação do teor de óleo pode ser atribuída à variabilidade dos frutos, principalmente porque, conforme descrito anteriormente, como a medida foi efetuada em base seca, não se esperava que os tratamentos influenciassem o teor de óleo dos frutos no tempo inicial.

Tabela 22 - Valores médios do teor de óleo (%), em base seca, das partes de frutos de Macaúbas coletados em Taquaraçu de Minas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

Parte do fruto	Lote	Tempo 0	Tempo 30
Casca	1	2,27 ± 0,48 <sup>bA</sup>	3,05 ± 0,58 <sup>abA</sup>
	2	3,27 ± 0,37 <sup>aA</sup>	4,04 ± 0,08 <sup>aA</sup>
	3	1,86 ± 0,80 <sup>bA</sup>	2,56 ± 0,42 <sup>bA</sup>
Polpa	1	45,70 ± 2,30 <sup>abB</sup>	56,08 ± 2,33 <sup>bA</sup>
	2	44,06 ± 0,54 <sup>abB</sup>	58,33 ± 0,47 <sup>bA</sup>
	3	43,85 ± 0,61 <sup>aA</sup>	43,73 ± 0,75 <sup>aA</sup>
Amêndoa	1	49,14 ± 1,86 <sup>aA</sup>	43,95 ± 4,33 <sup>abB</sup>
	2	45,02 ± 0,75 <sup>abA</sup>	44,52 ± 0,75 <sup>aA</sup>
	3	43,48 ± 1,40 <sup>bA</sup>	40,08 ± 0,64 <sup>bA</sup>

Médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do cacho; Lote 2: cacho lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: cacho lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Tabela 23 - Valores médios do teor de óleo (%), em base seca, da polpa de Macaúbas coletados em Belo Horizonte logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

		Tempo 0	Tempo 30
Belo	Lote 1	45,52 ± 0,68 <sup>cb</sup>	67,24 ± 0,55 <sup>aA</sup>
Horizonte	Lote 2	47,10 ± 0,21 <sup>bB</sup>	63,44 ± 1,09 <sup>bA</sup>
(1ª coleta)	Lote 3	53,39 ± 0,65 <sup>ab</sup>	56,54 ± 1,05 <sup>ca</sup>
Belo	Lote 1	55,64 ± 0,34 <sup>bB</sup>	67,57 ± 1,3 <sup>aA</sup>
Horizonte	Lote 2	54,15 ± 1,86 <sup>bB</sup>	61,85 ± 0,86 <sup>bA</sup>
(2ª coleta)	Lote 3	57,93 ± 0,10 <sup>aA</sup>	56,01 ± 0,55 <sup>cb</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ); médias na mesma linha seguidas de letras maiúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Inicialmente (tempo 0) o teor de óleo da polpa dos frutos de Taquaraçú de Minas (Tabela 22) foi menor que dos frutos coletados em Belo Horizonte, o que pode estar relacionado com o grau de maturação no momento de retirada do cacho e com características genéticas e do ambiente.

Após 30 dias de armazenamento, o teor de óleo da polpa dos frutos de Taquaraçú de Minas se manteve menor que o dos frutos de Belo Horizonte. Em todas as coletas, nos lotes 1 e 2, observou-se um aumento significativo do teor de óleo da polpa com o tempo de armazenamento. Em relação ao lote 3, apenas na primeira coleta realizada em Belo Horizonte houve um aumento significativo. Na coleta feita em Taquaraçú de Minas e na segunda coleta em Belo Horizonte não foi observado aumento do teor de óleo da polpa dos frutos do lote 3. Segundo Martins (2013), que também verificou menor acúmulo de óleo em polpas de Macaúbas que passaram por secagem, a redução da umidade reduz o metabolismo do fruto, o que explica o menor acúmulo de óleo. Ainda segundo o mesmo autor, nos frutos em que se tem maior teor de água disponível para a realização de seus processos metabólicos, o acúmulo de óleo é maior. Goulart (2014) também observou um aumento no teor de óleo da polpa ao longo do armazenamento, que passou de 50% para 61% após 45 dias de armazenamento.

Em relação à casca e amêndoa (Tabela 22) não se observou variação significativa do teor de óleo após 30 dias de armazenamento, com exceção da amêndoa do lote 1, que apresentou uma diminuição do teor de óleo.

Resultados semelhantes de aumento do teor de óleo na polpa e diminuição do teor de óleo na amêndoa foram encontrados na primeira etapa deste trabalho.

#### *5.1.2.5 Quantificação de microrganismos*

Ao todo foram enumerados 25 morfotipos de bactérias, 57 de fungos e 26 de leveduras. A Figura 28 mostra alguns dos microrganismos encontrados, e a classificação de todos os morfotipos pode ser vista no Apêndice E. Destaca-se que a classificação por morfotipo foi feita visualmente, sendo necessários mais estudos, incluindo métodos de fenotipagem e genotipagem para a identificação de cada morfotipo.

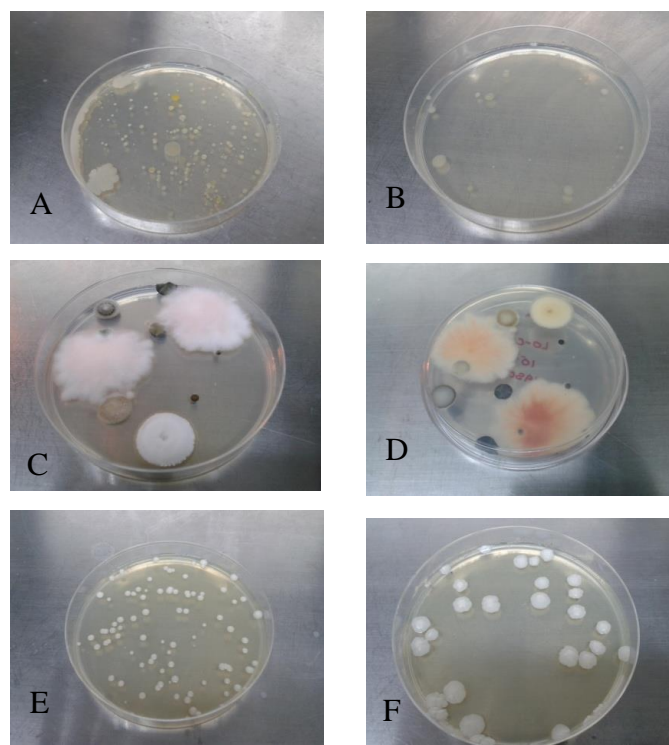


Figura 28 - Exemplos de microrganismos encontrados na casca e polpa da Macaúba: (A) e (B) bactérias, (C) fungo, (D) fungo reverso, (E) e (F) leveduras.

O número de morfotipos encontrados em cada parte (casca e polpa) nos frutos frescos (tempo 0) e nos frutos armazenados (tempo 30) pode ser visto nas Tabela 24 e Tabela 25.

Tabela 24 - Número de morfotipos encontrados na casca e polpa de frutos frescos (tempo 0) e em frutos armazenados por 30 dias (tempo 30) obtidos na primeira coleta realizada em Belo Horizonte (Safrá 2012/2013).

		Tempo 0			Tempo 30		
		Bactéria	Fungo	Levedura	Bactéria	Fungo	Levedura
Casca	Lote 1	2	8	3	18	12	1
	Lote 2	1	1	2	3	0	1
	Lote 3	2	0	0	0	0	1
Polpa	Lote 1	3	0	0	1	2	0
	Lote 2	1	0	2	0	2	1
	Lote 3	1	0	0	0	2	1

Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Tabela 25 - Número de morfotipos encontrados na casca e polpa de frutos frescos (tempo 0) e em frutos armazenados por 30 dias (tempo 30) obtidos na segunda coleta realizada em Belo Horizonte (Safrá 2012/2013).

		Tempo 0			Tempo 30		
		Bactéria	Fungo	Levedura	Bactéria	Fungo	Levedura
Casca	Lote 1	11	16	7	9	32	4
	Lote 2	0	3	4	4	2	2
	Lote 3	3	2	0	2	2	2
Polpa	Lote 1	0	0	0	3	11	0
	Lote 2	0	0	0	0	5	0
	Lote 3	4	0	5	2	2	0

Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Os resultados das duas coletas (Tabela 24 e Tabela 25) indicam uma maior diversidade de microrganismos na casca comparativamente à polpa, para a situação do lote “1”, sem tratamento. Esse resultado é consequência do fato de que, ao caírem do cacho, as cascas do fruto ficam em contato direto com o solo, sofrendo influência dos maiores valores de umidade e quantidade de microrganismos. Destaca-se que essa maior diversidade na casca é menor nos lotes “2” e “3”, indicando que no tempo zero os tratamentos realizados promoveram uma diminuição na diversidade de microrganismos.

Para ambas as coletas, os resultados indicam que os frutos do lote “1”, mantidos a temperatura ambiente e que não sofreram nenhum tratamento prévio, tiveram um aumento expressivo da diversidade de fungos e bactérias na casca no período de 30 dias de armazenamento, porém sofreram uma diminuição da diversidade de levedura.

Ainda, considerando a casca do fruto, os resultados após o período de 30 dias, também apontam para a eficácia dos tratamentos realizados, lotes “2” e “3”, relativo ao controle do aumento da diversidade de microrganismos na casca.

Em relação à diversidade de microrganismos na polpa, observa-se que não há presença de fungos na polpa no tempo 0 e pequena diversidade de bactérias e leveduras em alguns lotes, sem nenhuma correlação entre essas quantidades. Entretanto, após os trinta dias de armazenamento, o que se constatou foi o aparecimento de fungos em detrimento da presença de bactérias e leveduras.

A capacidade de sobrevivência ou de multiplicação dos microrganismos presentes em um alimento depende de uma série de fatores. Entre estes fatores estão a variabilidade

espacial de onde o alimento se encontra, que leva em consideração fatores tais como topografia, proximidade de massas de água, ocorrência de clareiras, dentre outros, os quais são importantes na adequação microclimática. Portanto, as atividades dos microrganismos, bem como os mecanismos de sobrevivência encontrados pelos mesmos, estão interligadas com condições ambientais favoráveis para a manutenção e permanência desses grupos (CAMPBELL e NORMAN, 1998). Certamente elementos meteorológicos tais como: temperatura, umidade, fluxo de calor no solo e luminosidade também configuram condições essenciais para o entendimento e distribuição espacial destes seres vivos nos diversos ecossistemas naturais, inclusive a microfauna (CHAPIN *et al.*, 2002; TORTORA *et al.*, 2004).

Outros fatores estão relacionados com as características próprias do alimento (fatores intrínsecos), com a atividade de água ( $a_w$ ), a acidez (pH), o potencial de oxirredução (Eh), composição química, fatores antimicrobianos naturais, e interações entre micro-organismos presentes (TORTORA *et al.*, 2004). Por influência desses fatores, por si só ou associados a outros de natureza ambiental, as alterações de alimentos são, às vezes, sensivelmente modificadas a tal ponto, que a alteração desaparece, sendo substituída por outra de forma diferente. A ação dos fatores que determinam o crescimento de microrganismos é tão decisiva que, muitas vezes, basta haver supressão de um deles, para que a alteração alimentar não se realize. Um exemplo da ação combinada destes fatores no crescimento de microrganismos é que os fungos se desenvolvem mais que as bactérias e leveduras, no alimento com pequeno teor de umidade (EVANGELISTA, 1994).

A quantidade de bactérias, fungos e leveduras foi calculada em unidades formadoras de colônias (UFC) por grama de polpa seca (ou massa seca), uma vez que os lotes apresentavam umidades diferentes, principalmente devido à secagem. A quantidade total de microrganismos e de cada grupo está indicada nas Tabela 26 e Tabela 27.

Em geral, no tempo inicial a quantidade de microrganismos presentes na polpa foi menor que a encontrada na casca, sendo nula em alguns casos. Este resultado indica que a polpa do fruto está inicialmente protegida pela casca. Exceção a essa regra foi observada no lote 2 da primeira coleta e no lote 3 da segunda coleta, a qual foi atribuída ao fato da avaliação ser efetuada em diferentes frutos escolhidos ao acaso. Ressalta-se que esses diferentes frutos poderiam estar no chão a um tempo maior e portanto em estado mais avançado de deterioração inicial não detectável a olho nu.

Apesar da quantidade total de microrganismos da casca do lote 1 ser numericamente maior do que a dos outros lotes, só houve diferença significativa na segunda coleta. Na polpa,

em ambas as coletas os tratamentos utilizados não apresentaram efeito significativo na quantidade total de microrganismos.

Quando se avalia o efeito destes tratamentos em cada grupo específico de microrganismos, não se pode afirmar que eles foram eficientes, uma vez que de acordo com a análise estatística para comparação das médias, na maioria dos casos essa diferença não foi significativa.

Nota-se ainda, que os resultados apresentaram desvios padrões elevados, devido à variação na quantidade de microrganismos entre os frutos. Essa variação pode estar associada à heterogeneidade na maturação dos frutos, que resulta na colonização microbiana diferenciada. Como os frutos utilizados na análise foram escolhidos ao acaso, durante os experimentos foi possível observar visualmente que algumas amostras estavam mais deterioradas e com presença de fungos enquanto outras não.

Tabela 26 - Quantidade de bactérias, fungos e leveduras (UFC/g<sub>massa seca</sub>) encontrados na casca e polpa de frutos de Macaúba coletados em Belo Horizonte (1ª coleta).

		Total		Bactéria		Fungos		Levedura	
		Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30
Casca	Lote	$5,9 \times 10^4 \pm$	$9,8 \times 10^4 \pm$	$1,0 \times 10^4 \pm$	$4,6 \times 10^4 \pm$	$1,2 \times 10^4 \pm$	$2,9 \times 10^4 \pm$	$3,7 \times 10^4 \pm$	$2,3 \times 10^4 \pm$
	1	$3,6 \times 10^4$ aA	$8,2 \times 10^4$ aA	$1,7 \times 10^4$ aA	$5,2 \times 10^4$ aA	$5,2 \times 10^3$ aB	$1,4 \times 10^4$ aA	$2,1 \times 10^4$ aA	$2,0 \times 10^4$ aA
	Lote	$8,5 \times 10^3 \pm$	$2,2 \times 10^3 \pm$	$3,0 \times 10^2 \pm$	$6,55 \times 10^2$ aA	$3,0 \times 10^2 \pm$	0 bA	$7,9 \times 10^3 \pm$	$1,5 \times 10^3 \pm$
	2	$5,2 \times 10^3$ aA	$2,1 \times 10^3$ bA	$5,2 \times 10^2$ aA		$5,2 \times 10^2$ aA		$5,3 \times 10^3$ bA	$2,1 \times 10^3$ aA
	Lote	$1,2 \times 10^3 \pm$	$6,3 \times 10^2 \pm$	$1,2 \times 10^3 \pm$	0 aA	0 aA	0 bA	0 bA	$6,3 \times 10^2 \pm$
	3	$1,5 \times 10^3$ aA	$1,1 \times 10^3$ bA	$1,5 \times 10^3$ aA					$1,1 \times 10^3$ aA
Polpa	Lote	$3,2 \times 10^2 \pm$	$9,7 \times 10^2 \pm$	$3,2 \times 10^2 \pm$	$4,6 \times 10^1 \pm$	0 B	$9,2 \times 10^2 \pm$	0 aA	0 aA
	1	$5,5 \times 10^2$ aA	$2,4 \times 10^2$ aA	$5,5 \times 10^2$ aA	$7,9 \times 10^1$ aA		$2,9 \times 10^2$ aA		
	Lote	$1,1 \times 10^4 \pm$	$2,9 \times 10^3 \pm$	$1,2 \times 10^2 \pm$	0 aA	0 B	$6,7 \times 10^2 \pm$	$1,1 \times 10^4 \pm$	$2,3 \times 10^3 \pm$
	2	$1,9 \times 10^4$ aA	$3,3 \times 10^3$ aA	$2,2 \times 10^2$ aA			$5,8 \times 10^2$ aA	$1,8 \times 10^4$ aA	$3,9 \times 10^4$ aA
	Lote	$5,4 \times 10^1 \pm$	$3,7 \times 10^2 \pm$	$5,4 \times 10^1 \pm$	0 aA	0 A	$3,3 \times 10^2 \pm$	0 aA	$4,1 \times 10^1 \pm$
	3	$9,4 \times 10^1$ aA	$2,5 \times 10^2$ aA	$9,4 \times 10^1$ aA			$3,1 \times 10^2$ aA		$7,1 \times 10^1$ aA

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na mesma coluna não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Em cada grupo de microrganismos, médias seguidas pela mesma letra maiúscula não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Tabela 27 - Quantidade de bactérias, fungos e leveduras (UFC/g<sub>massa seca</sub>) encontrados na casca e polpa de frutos de Macaúba coletados em Belo Horizonte (2ª coleta).

		Total		Bacteria		Fungo		Levedura	
		Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30	Tempo 0	Tempo 30
Casca	Lote	$5,0 \times 10^5 \pm$	$1,8 \times 10^5 \pm$	$1,6 \times 10^5 \pm$	$1,4 \times 10^5 \pm$	$1,5 \times 10^3 \pm$	$1,9 \times 10^4 \pm$	$3,3 \times 10^5 \pm$	$1,5 \times 10^4 \pm$
	1	$1,3 \times 10^5 \text{aA}$	$1,2 \times 10^5 \text{aB}$	$1,3 \times 10^5 \text{aA}$	$1,2 \times 10^5 \text{aA}$	$8,7 \times 10^2 \text{aB}$	$5,9 \times 10^3 \text{aA}$	$3,9 \times 10^4 \text{aA}$	$1,2 \times 10^4 \text{aB}$
	Lote	$3,3 \times 10^3 \pm$	$3,8 \times 10^4 \pm$	0 bA	$3,5 \times 10^3 \pm$	$8,8 \times 10^1 \pm$	$3,5 \times 10^2 \pm$	$3,2 \times 10^3 \pm$	$3,4 \times 10^4 \pm$
	2	$5,0 \times 10^3 \text{bA}$	$4,6 \times 10^4 \text{aA}$		$3,5 \times 10^4 \text{aA}$	$1,5 \times 10^1 \text{aA}$	$6,1 \times 10^2 \text{bA}$	$4,8 \times 10^3 \text{bA}$	$4,7 \times 10^4 \text{aA}$
	Lote	$3,9 \times 10^3 \pm$	$2,2 \times 10^4 \pm$	$3,8 \times 10^3 \pm$	$5,3 \times 10^3 \pm$	$4,6 \times 10^1 \pm$	$7,1 \times 10^2 \pm$	0 bA	$1,6 \times 10^4 \pm$
	3	$6,4 \times 10^3 \text{bA}$	$3,8 \times 10^4 \text{aA}$	$6,4 \times 10^4 \text{abA}$	$9,1 \times 10^4 \text{aA}$	$3,9 \times 10^1 \text{aA}$	$1,2 \times 10^3 \text{bA}$		$2,7 \times 10^4 \text{aA}$
Polpa	Lote	0 aA	$2,5 \times 10^3 \pm$	0 aA	$1,1 \times 10^2 \pm$	0 B	$2,4 \times 10^3 \pm$	0 aA	0 A
	1		$1,1 \times 10^3 \text{aA}$		$1,9 \times 10^2 \text{aA}$		$1,0 \times 10^3 \text{aA}$		
	Lote	0 aA	$1,8 \times 10^3 \pm$	0 aA	0 aA	0 B	$1,8 \times 10^3 \pm$	0 aA	0 A
	2		$4,5 \times 10^2 \text{aA}$				$4,5 \times 10^2 \text{aA}$		
	Lote	$7,1 \times 10^3 \pm$	$3,6 \times 10^2 \pm$	$6,8 \times 10^3 \pm$	$7,2 \times 10^1 \pm$	0 A	$2,9 \times 10^2 \pm$	$3,0 \times 10^2 \pm$	0 A
	3	$1,2 \times 10^4 \text{aA}$	$4,5 \times 10^2 \text{aA}$	$1,2 \times 10^4 \text{aA}$	$1,2 \times 10^2 \text{aA}$		$4,9 \times 10^2 \text{bA}$	$4,5 \times 10^2 \text{aA}$	

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na mesma coluna não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Em cada grupo de microrganismos, médias seguidas pela mesma letra maiúscula não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Após 30 dias de armazenamento, foi verificada a presença de microrganismos em todos os lotes, tanto na casca quanto na polpa. Segundo Brackett (1987), o aumento na taxa de deterioração do fruto é decorrente da transferência da microbiota da casca para a polpa, onde os microrganismos encontram condições favoráveis ao seu crescimento. Assim, a contaminação do mesocarpo do fruto pode ter ocorrido pela deterioração da casca, permitindo o acesso à polpa. Foi verificado, tanto na safra anterior deste trabalho como nesta safra, que durante o armazenamento dos frutos ocorre diminuição do teor de umidade da casca e de acordo com Evaristo (2005) e Carvalho (2013) essa perda de umidade causa o aumento da porosidade da casca, sendo que este é um dos fatores que pode facilitar o acesso à polpa.

Esse comportamento também foi relatado por Silva *et al.* (2010) que avaliou a eficiência de dois métodos de sanitização: imersão em água fervente seguida de secagem ao sol e; imersão em água fervente seguida de secagem em estufa a 120 °C. Os autores concluíram que a contaminação dos frutos da Macaúba ocorre de maneira gradual, com os microrganismos penetrando pelas áreas susceptíveis do fruto, como os orifícios, e infestando gradualmente toda a polpa, causando alterações na sua estrutura, cor, sabor, cheiro e composição química.

O percentual de cada grupo de microrganismos presentes na casca e na polpa em relação à quantidade total está apresentado nas Figura 29 e Figura 30. Conforme Figura 29, no tempo zero, verifica-se que os frutos sem tratamento apresentaram os 3 tipos de microrganismos na casca, porém com um percentual menor de fungos, enquanto que nos frutos que passaram por lavagem houve a predominância de levedura, e nos frutos que passaram por lavagem e secagem a 60°C as bactérias predominaram.

Após 30 dias, o que se observou foi o aumento percentual de fungos nas cascas dos frutos que não sofreram tratamento, sendo que os frutos que passaram por lavagem apresentaram um aumento percentual das bactérias. Porém, de acordo com as Tabela 26 e Tabela 27 somente o aumento de fungos no lote 1 foi significativo nas duas coletas.

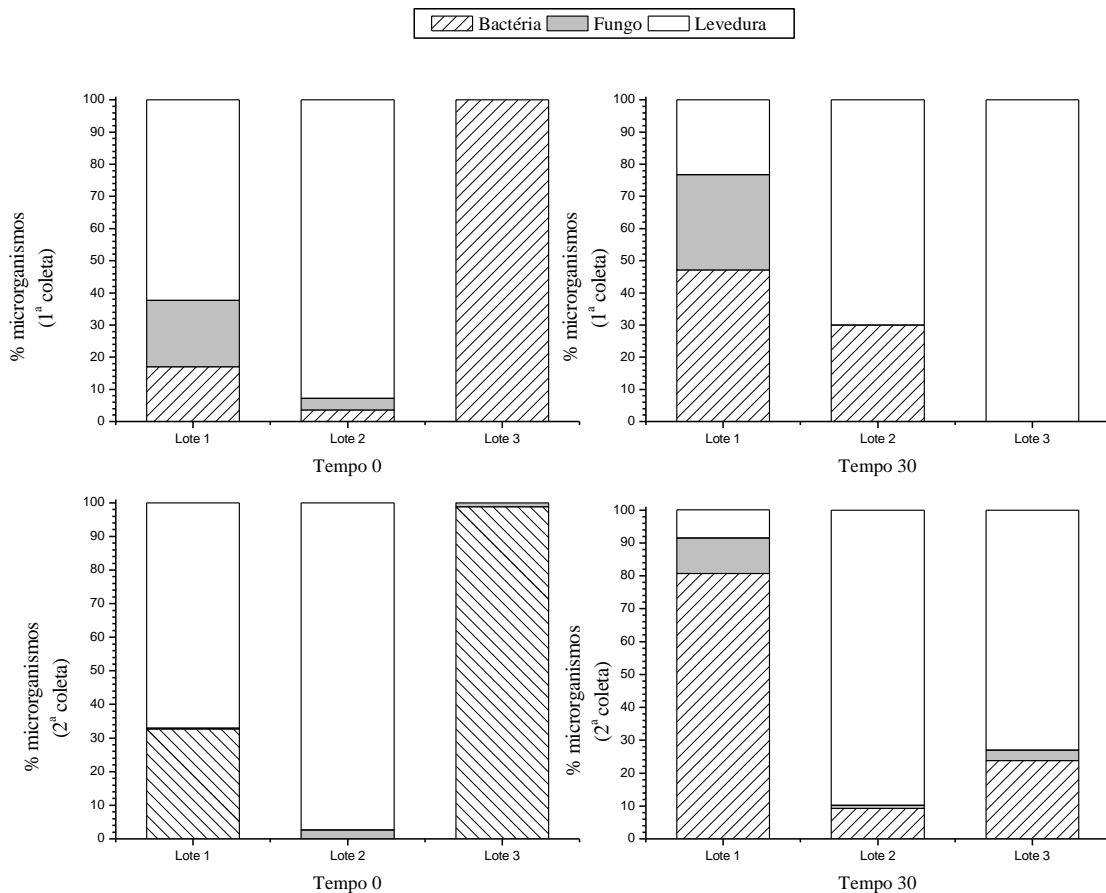


Figura 29 - Percentual de cada grupo de microrganismos presentes na casca de frutos coletados em Belo Horizonte, avaliados no dia da coleta (tempo 0) e após 30 dias (tempo 30). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Corroborando o resultado apresentado na Tabela 25, na segunda coleta, no tempo zero as polpas dos frutos dos lotes 1 e 2 não apresentaram qualquer tipo de microrganismos (Figura 30), o que pode ser um indicativo de que os frutos selecionados ao acaso eram frutos frescos, ou caídos há poucos dias.

Ainda de acordo com a Figura 30, no tempo zero, houve uma predominância de bactérias na polpa dos frutos que não receberam tratamento (lote 1) e dos frutos que passaram por lavagem seguida de secagem (lote 3), enquanto que os frutos que passaram por lavagem (lote 2) as leveduras predominaram.

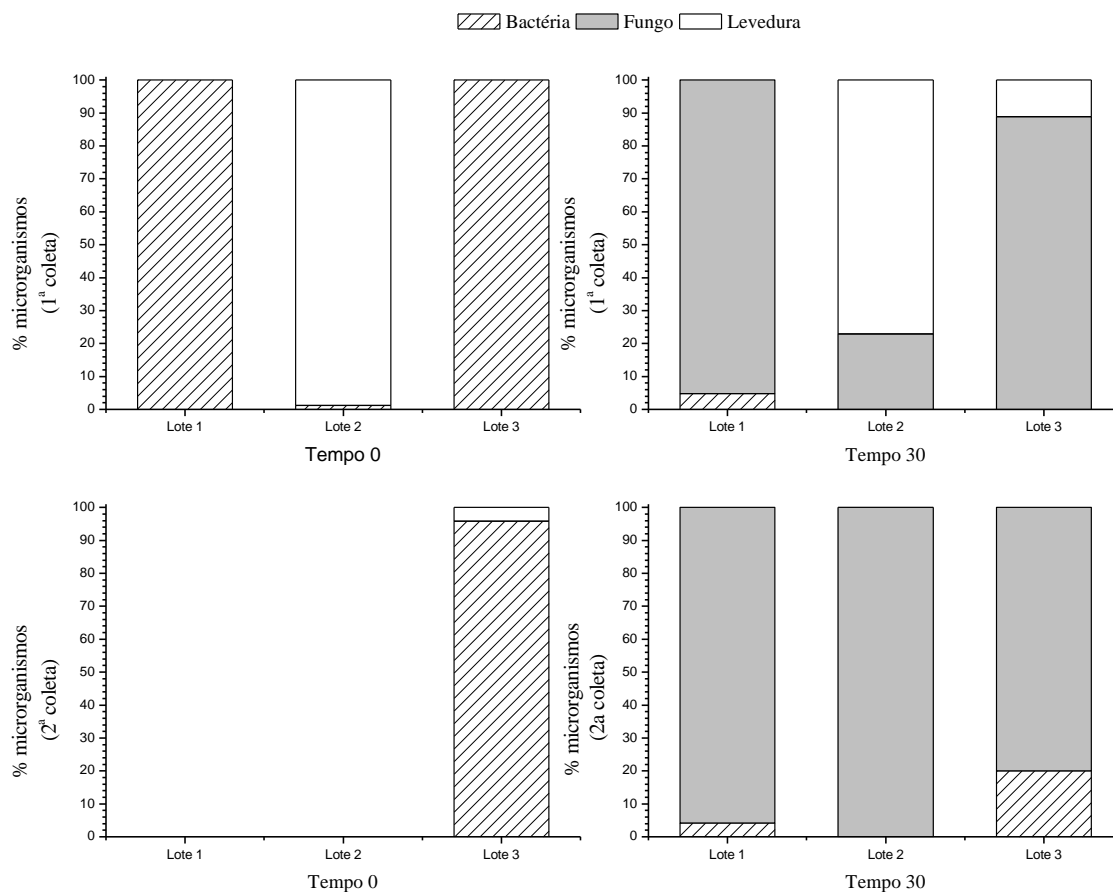


Figura 30 - Percentual de cada grupo de microrganismos presentes na polpa de frutos coletados em Belo Horizonte, avaliados no dia da coleta (tempo 0) e após 30 dias (tempo 30). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Por outro lado no tempo de 30 dias, a presença de fungos foi predominante, exceção feita ao lote 2 da primeira coleta, a qual inicialmente continha uma quantidade percentual maior de leveduras, mantendo-se a predominância desse maior percentual. Esses resultados são um indicativo de que a polpa tem uma tendência à elevação do percentual de fungos com o tempo de armazenamento, o que foi visualmente observado pela constatação micélio fúngico na polpa, conforme Figura 31. Ainda, de acordo com as Tabela 26 e Tabela 27, nas duas coletas somente no lote 3 o aumento da quantidade de fungos com o tempo de armazenamento não foi significativo.

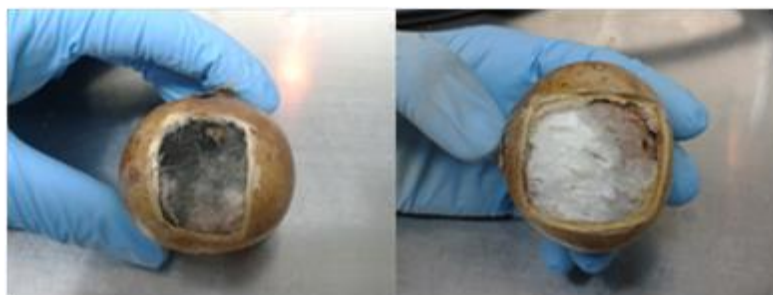


Figura 31- Fungos presente em frutos do lote 1 da terceira coleta (safra 2012/2013).

Pereira *et al.* (2013), avaliaram frutos de macaúbas sanitizados com solução de hipoclorito 400 ppm comparativamente a frutos sem tratamento. Em ambos os casos este autor constatou uma redução do número de bactérias após o armazenamento. Ainda segundo o autor, a população de fungos manteve-se estável durante todo o período de armazenamento avaliado, e a população de leveduras aumentou até 50 dias de armazenamento, extinguindo-se aos 120 dias. Antonioli *et al.* (2005) constataram um aumento de dois ciclos logarítmicos de bolores e leveduras no decorrer do armazenamento de abacaxi ‘Pérola’ minimamente processado tratados com hipoclorito de sódio.

A presença de fungos torna-se preocupante uma vez que algumas espécies de fungos filamentosos são capazes de produzir micotoxinas, que são metabólicos tóxicos (IAMANAKA *et al.*, 2010). Portanto, a qualidade dos coprodutos da Macaúba pode ser comprometida pela potencial formação de micotoxinas, fragilizando a segurança alimentar tanto do óleo quanto dos farelos e tortas para uso de nutrição humana e animal (SOUZA, 2013). Desta forma, novos estudos são necessários para avaliar se há ou não presença de micotoxinas nos frutos da Macaúba.

Durante o armazenamento ocorrem alterações nas características físico-químicas da casca e da polpa, como por exemplo, a umidade, que é um dos fatores que regula o crescimento dos microrganismos. A água é importante nutriente, por sua função plástica, como integrante da estrutura dos alimentos e por sua influência no crescimento dos microrganismos (EVANGELISTA, 1994). A quantidade de água por si só não é um indício fiel da deterioração dos alimentos, mas o parâmetro atividade de água está diretamente relacionado com a atividade metabólica dos microrganismos e com as reações hidrolíticas uma vez que indica a água disponível para essas reações (ORDÓNEZ, 2005).

Ainda, em caso de deterioração do alimento, o meio que antes era favorável à bactéria vai se tornando impróprio, à medida que produtos de decomposição se formam (EVANGELISTA, 1994). Neste trabalho a deterioração da polpa foi avaliada por meio da análise de acidez titulável, conforme resultados apresentados anteriormente na Tabela 21.

De modo a avaliar a influência do teor de umidade e acidez titulável da polpa no crescimento de microrganismos, a Tabela 28 apresenta os resultados da análise das correlações de Pearson. Para avaliar a significância das correlações foi realizado teste de hipótese (Ho: correlação não é significativa e Ha: correlação é significativa) utilizando a tabela t de Student para comparação com o valor da estatística de teste calculada. Em ambas as colheitas, houve apenas correlação significativa entre a acidez e a quantidade de fungos na polpa, o que sugere que o aumento de acidez titulável da polpa favorece o crescimento de fungos.

Tabela 28 - Correlação de Pearson entre parâmetros da polpa e casca da Macaúba e quantidade de bactérias, fungos e leveduras.

	Belo Horizonte 1	Belo Horizonte 2
Umidade polpa x bactéria	0,81	0,24 ns
Umidade polpa x fungo	-0,72 ns	-0,75 ns
Umidade polpa x levedura	0,41 ns	0,26 ns
Acidez polpa x bactéria	-0,63 ns	-0,39 ns
<b>Acidez polpa x fungo</b>	<b>0,96</b>	<b>0,93</b>
Acidez polpa x levedura	-0,37 ns	-0,39 ns
Umidade casca x bactéria	-0,02 ns	0,19 ns
Umidade casca x fungo	0,11 ns	-0,37 ns
Umidade casca x levedura	0,62 ns	0,53 ns

ns – não significativo a 5%.

### 5.1.3 Avaliação de frutos coletados em diferentes meses e em uma mesma localidade

Assim como na primeira etapa, realizada na safra 2011/2012, nessa etapa verificou-se que apesar de não haver muita diferença na aparência externa (casca) após o período de armazenamento, houve bastante alteração no mesocarpo (polpa). A título de ilustração, na Figura 32 estão apresentados alguns frutos da segunda coleta após cada tratamento e após os trinta dias de armazenamento (tempo “0” e “30”, respectivamente).

No tempo “0” a polpa do lote controle, ou seja, o lote sem tratamento se assemelha com a polpa do lote 2, apresentando apenas algumas sujidades devido o contato com a casca que por não ter sido lavada, continha bastante impurezas. Porém, a polpa do lote 3 mostrou-se visivelmente mais seca, devido ao processo de secagem. Após o período de 30 dias apenas a casca do lote 0 apresentou um aspecto que poderia ser apontado como característico de fruto mais velho por estar ligeiramente mais escurecido, enquanto que as polpas de todos os lotes estavam bastante degradadas e contaminadas por fungos.

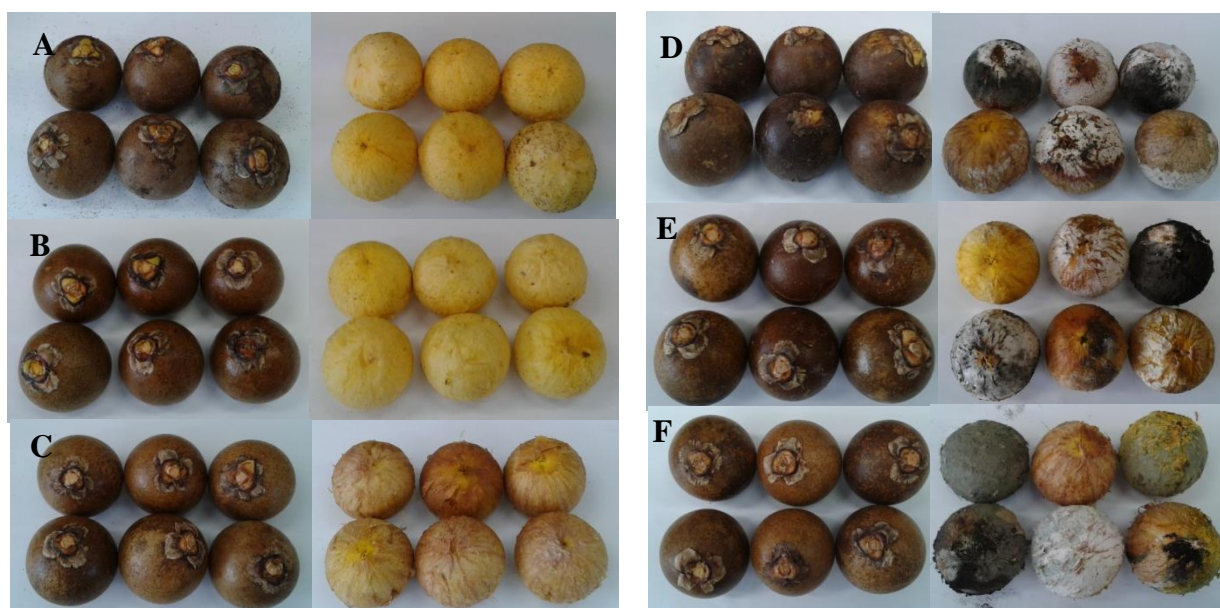


Figura 32 - Frutos da segunda coleta da safra 2013/2014 no tempo 0: (A) Lote 1, (B) Lote 2 e (C) Lote 3 e no tempo 30: (D) Lote 1, (E) Lote 2 e (F) Lote 3. Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

#### 5.1.3.1 Umidade

As médias da umidade da polpa logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30) estão apresentados na Tabela 29. Nas duas coletas, os teores de umidade do lote 3 apresentaram diferença estatística, sendo menores que nos outros lotes, conforme esperado, pois o objetivo da secagem é o de redução da umidade. Comportamento semelhante foi observado nas etapas anteriores. Na polpa do lote 2, apesar dos valores de umidade serem maiores numericamente em relação ao lote 1, não se observou

diferença significativa pelo teste de Tukey. Sendo assim, não se pode afirmar que a imersão na solução de hipoclorito de sódio acarreta em aumento da umidade da polpa.

Tabela 29 - Valores médio de umidade (%) da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup> coleta	1	47,77 ± 0,92 <sup>aA</sup>	21,69 ± 0,34 <sup>aB</sup>
	2	49,21 ± 1,24 <sup>aA</sup>	20,56 ± 1,39 <sup>aB</sup>
	3	41,49 ± 1,19 <sup>bA</sup>	15,02 ± 0,27 <sup>bB</sup>
2 <sup>a</sup> coleta	1	44,78 ± 0,64 <sup>aA</sup>	22,60 ± 0,73 <sup>aB</sup>
	2	45,92 ± 0,73 <sup>aA</sup>	15,64 ± 0,30 <sup>bB</sup>
	3	38,49 ± 0,20 <sup>bA</sup>	13,14 ± 0,39 <sup>cB</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

É importante relatar que a primeira coleta ocorreu em um período chuvoso, o que pode explicar os maiores valores de umidade em relação à segunda coleta.

Analisando os frutos que não passaram por tratamento prévio, os valores de umidade da polpa desta etapa (47,77 e 44,78 %) ficaram acima dos encontrados na primeira etapa (safra 2011/2012), que variou de 38,7 a 42,23 %, porém estão próximos do encontrado na segunda etapa (safra 2012/2013), cuja umidade ficou entre 40,27 e 47,40 %, sendo que todos estes valores são de frutos coletados em Belo Horizonte, no campus da UFMG. As polpas dos frutos coletados em Taquaraçú de Minas foram as que apresentaram as maiores umidades, com a umidade do lote que não passou por tratamento igual a 48,36 %, indicativo que o cacho coletado continha frutos imaturos. Segundo Duarte *et al.* (2012), a umidade nos frutos de Macaúba pode variar de acordo com o período de coleta, sendo que os frutos imaturos apresentam um maior teor de umidade.

Há valores diversificados na literatura quanto ao teor de água na polpa da Macaúba. Ciconini *et al.* (2013) obtiveram valores variando de 49,06% a 63,00% em frutos coletados tanto no bioma Cerrado como no bioma Pantanal, enquanto que os frutos do sertão de Pernambucano, analisados por Oliveira *et al.* (2009) apresentaram umidade da polpa em torno

de 41,85% . Lira *et al.* (2013) encontrou valores de umidade da polpa igual a 45,86% e 45,42% em duas subespécies diferentes de *Acrocomia aculeata*, oriundas de Contagem-MG e Paranaíba-PR respectivamente.

Após o período de armazenamento, em todos os casos houve redução da umidade após os trinta dias de armazenamento. As reduções de umidade de cada coleta, em %, podem ser vistas na Figura 33. Os Box-Plot descritos nas Figura 34 e Figura 35 corroboram as informações e interpretações sobre a influência dos tratamentos recebidos por cada lote e do tempo.

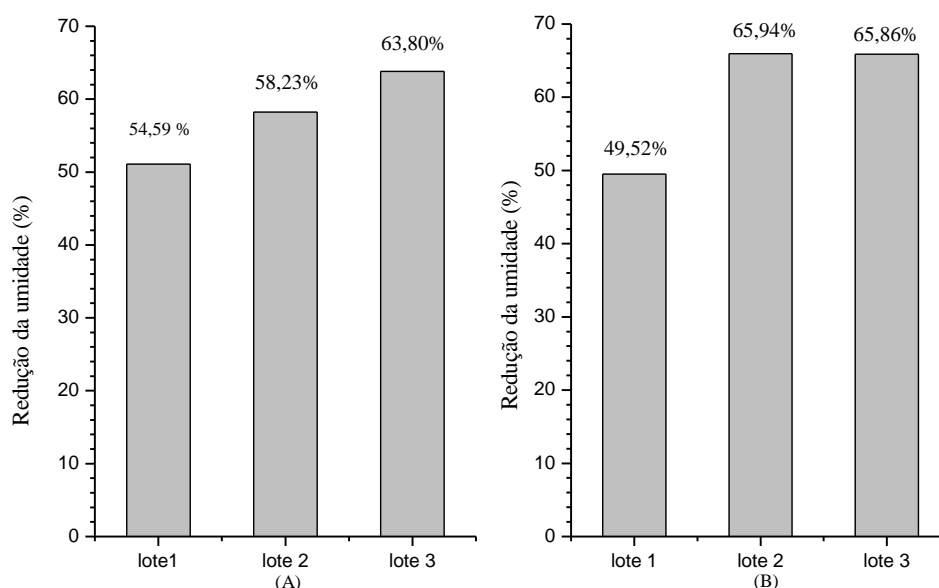


Figura 33 - Redução de umidade da polpa da Macaúba após o armazenamento de 30 dias (safra 2013/2014): (A) primeira coleta e (B) segunda coleta). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

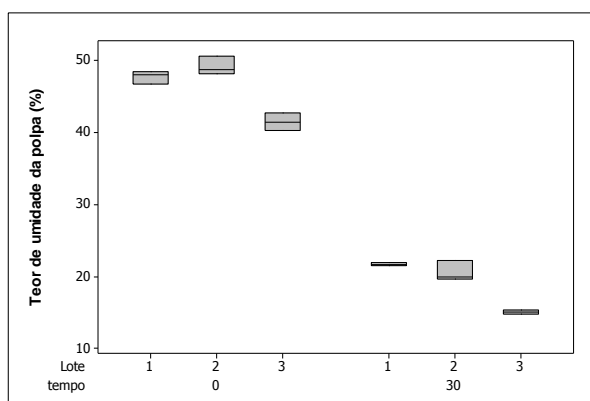


Figura 34 - Blox-Plot da umidade da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta).

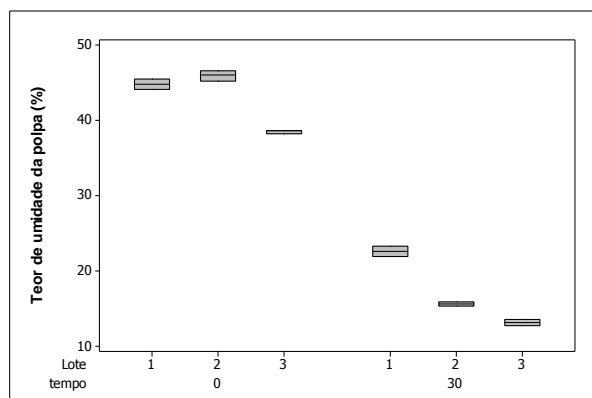


Figura 35 - Blox-Plot do teor de umidade da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta).

### 5.1.3.2 Atividade de água ( $A_w$ )

Os valores médios de atividade de água da polpa da Macaúba logo após a coleta e tratamento, e após os trinta dias de armazenamento podem ser vistos na Tabela 30.

Tabela 30 - Valores médios de atividade de água da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup> coleta	1	0,976 ± 0,002 <sup>aA</sup>	0,849 ± 0,008 <sup>aB</sup>
	2	0,974 ± 0,003 <sup>aA</sup>	0,840 ± 0,020 <sup>aB</sup>
	3	0,962 ± 0,002 <sup>aA</sup>	0,787 ± 0,003 <sup>bB</sup>
2 <sup>a</sup> coleta	1	0,981 ± 0,003 <sup>aA</sup>	0,890 ± 0,002 <sup>aB</sup>
	2	0,979 ± 0,003 <sup>aA</sup>	0,796 ± 0,002 <sup>bB</sup>
	3	0,955 ± 0,004 <sup>bA</sup>	0,758 ± 0,006 <sup>cB</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Logo após a coleta e tratamento (tempo 0), a atividade de água da polpa se comportou de forma semelhante nas duas coletas, com valores variando entre 0,955 a 0,981. Em ambas as coletas, os menores valores são os dos lotes 3, porém apenas o da segunda coleta diferiu estatisticamente dos outros lotes. Esse foi o único lote que passou por secagem, portanto devido ao menor conteúdo de umidade inicial era esperado um menor valor de atividade de água. Observa-se ainda que nas duas coletas, o valor da  $a_w$  dos lotes 0 e 1 não apresentaram diferenças significativas, corroborando com o teor de umidade obtido. Estes valores são superiores aos obtidos por Sanjinez-Argandoña e Chuba (2011), que em trabalho realizado para caracterizar a biometria do fruto e a composição química e física de frutos colhidos em Dourados (MS) e Presidente Epitáfio (SP) encontraram valores de atividade de água da polpa na faixa de 0,90 a 0,95.

Após os trinta dias de armazenamento houve uma redução significativa da atividade de água em todos os lotes, variando entre 0,758 e 0,890. O decréscimo no valor da  $a_w$  ao longo do período de armazenamento também foi observado por Tilahun *et al.* (2013) e Souza (2013), entretanto, diferente do verificado neste trabalho, Souza (2013) encontrou valor de atividade de água em torno de 0,6 na polpa de frutos que permaneceram 31 dias em campo dentro de coletores. A redução da atividade de água pode ser verificada nos Box-Plot descritos nas Figuras 36 e 37, assim como o efeito dos diferentes lotes.

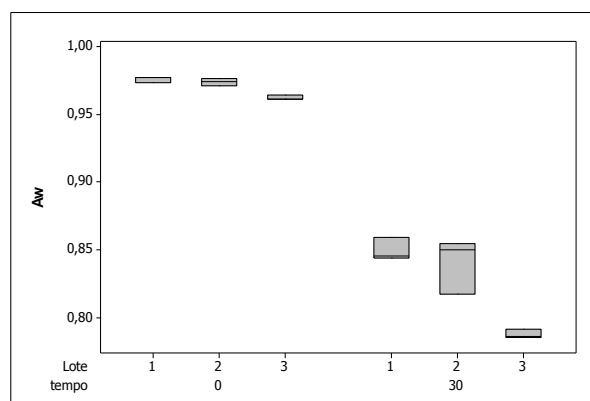


Figura 36- Blox-Plot da atividade de água da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta).

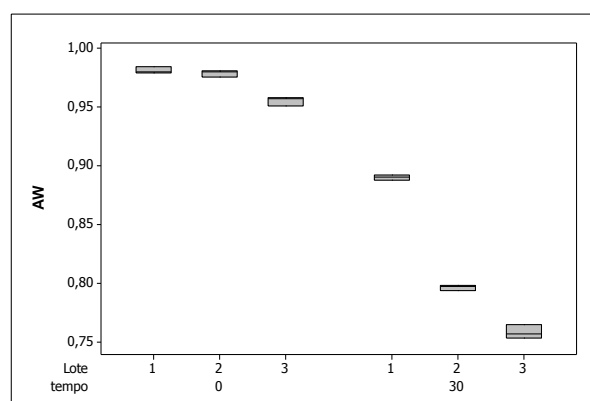


Figura 37- Blox-Plot da atividade de água da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta).

Do ponto de vista microbiológico, o valor da  $a_w$  reflete a água disponível para o crescimento dos microrganismos. Na Figura 38 pode-se verificar o efeito geral da  $a_w$  no crescimento microbiano. A maioria dos microrganismos cresce consideravelmente em valores elevados de  $a_w$  entre 0,98 e 0,95, e de maneira geral, as bactérias são as menos tolerantes às reduções de  $a_w$ , sendo que algumas podem crescer até  $a_w$  em torno de 0,85. Seguem-se as leveduras, entre as quais certas espécies podem se proliferar inclusive em valores inferiores ou iguais a 0,7, e os fungos (bolors) cujo valor mínimo de  $a_w$  registrado para o desenvolvimento é igual a 0,61. Contudo, existem algumas exceções a esse comportamento geral, como os microrganismos que crescem em meios secos ou salgados (ORDÓÑES, 2005).

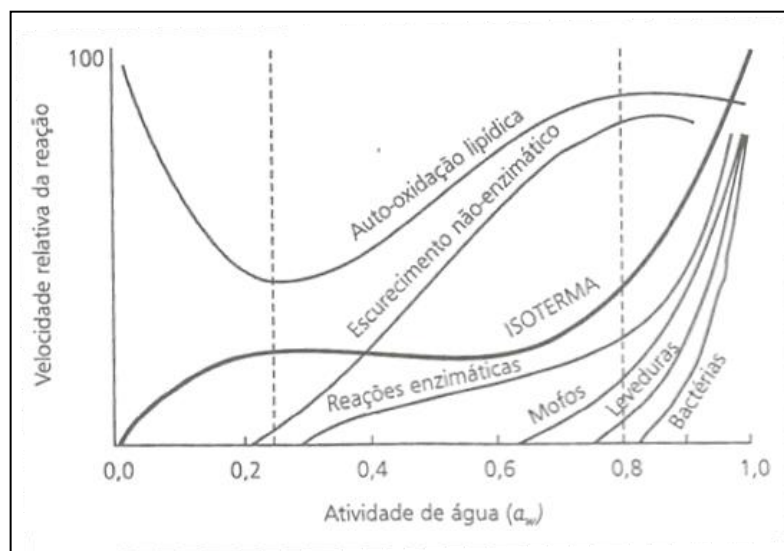


Figura 38 - Relação entre a  $a_w$ , o crescimento microbiano e a velocidade de diversas reações.

Fonte: Ordóñez, 2005.

A atividade de água de 0,6 é considerada limitante para o desenvolvimento dos microrganismos. Devido a isso, os alimentos com valores de  $a_w$  inferiores são microbiologicamente estáveis, ou seja, os microrganismos contaminantes não encontram nessas condições favoráveis para multiplicação, havendo inclusive uma tendência para redução no número de células viáveis (GAVA, 2008; ORDÓNEZ, 2005). Neste trabalho, verificou-se que apesar da umidade ter diminuído após 30 dias de armazenamento (Tabela 29), os valores de  $a_w$  (Tabela 30) permaneceram acima de 0,6, possibilitando assim o desenvolvimento dos microrganismos, como foi observado na safra anterior.

A  $a_w$  também pode influenciar a oxidação de lipídios. Aumentado o teor de água para  $a_w = 0,3$ , previne-se ou pelo menos reduz o desenvolvimento da rancidez. O efeito protetor ocorre em razão da hidratação dos metais e dos radicais livres, tornando-os menos efetivos, além da interação dos peróxidos com a água, o que evita a sua decomposição. Os produtos com  $a_w$  intermediária, entre 0,55 e 0,85, são oxidados muito rapidamente. A presença de água livre nesses produtos aumenta a mobilidade dos pró-oxidantes e, conseqüentemente, a velocidade da oxidação é acelerada (ARAÚJO, 2011a). A atividade de água (Tabela 30) da polpa da Macaúba mesmo após o armazenamento permaneceu na faixa onde a velocidade de oxidação dos lipídios é acelerada.

#### 5.1.3.4 Acidez titulável da polpa

A Tabela 31 mostra as médias da acidez titulável da polpa da Macaúba logo após a coleta e tratamentos e após o armazenamento. A acidez da polpa em relação aos tratamentos apresentou comportamento semelhante das outras etapas ou safras. Na segunda coleta, a acidez do lote que passou por tratamento térmico foi superior aos outros tratamentos. Na primeira coleta, apesar da acidez do lote 3 ser numericamente maior que a dos outros lote, não possui diferença estatisticamente significativa.

Tabela 31 - Valores médios de acidez titulável (%) da polpa da Macaúba coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup> coleta	1	1,93 ± 0,29 <sup>aB</sup>	28,34 ± 0,13 <sup>aA</sup>
	2	2,03 ± 0,15 <sup>aB</sup>	24,76 ± 0,18 <sup>bA</sup>
	3	2,24 ± 0,13 <sup>aB</sup>	16,66 ± 0,34 <sup>cA</sup>
2 <sup>a</sup> coleta	1	0,86 ± 0,07 <sup>bB</sup>	24,91 ± 0,19 <sup>aA</sup>
	2	0,87 ± 0,11 <sup>bB</sup>	21,31 ± 0,70 <sup>bA</sup>
	3	2,48 ± 0,07 <sup>aB</sup>	15,64 ± 0,34 <sup>cA</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Tanto no tempo “0” quanto no tempo “30” os valores de acidez foram maiores na primeira coleta. Isso pode ter ocorrido porque as maiores umidades dos frutos dessa coleta podem ter provocado uma maior deterioração da polpa. A Figura 39 mostra a variação da acidez da polpa na primeira e segunda coleta.

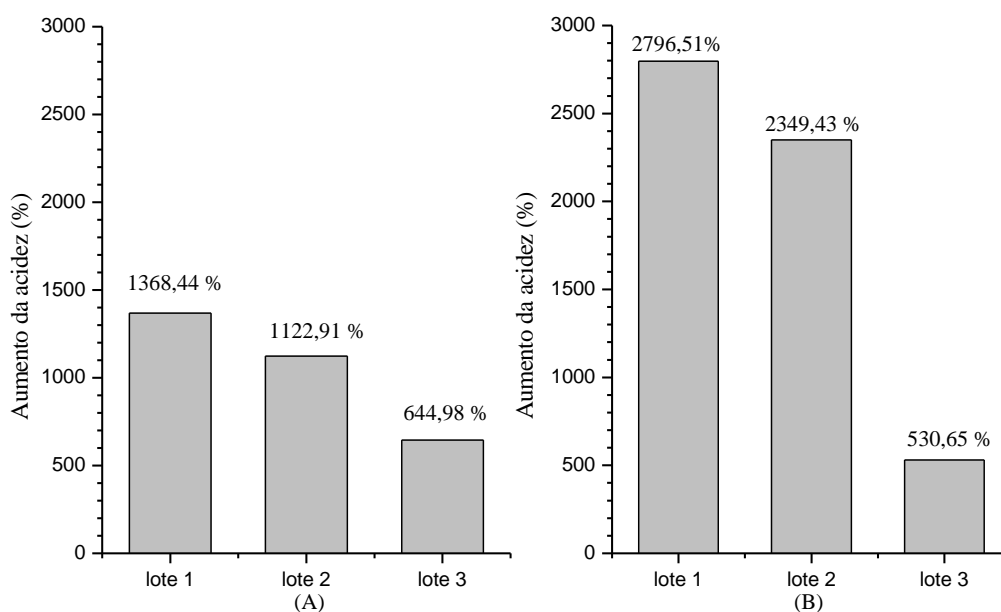


Figura 39 - Variação na acidez da polpa de frutos coletados em Belo Horizonte: (A) primeira coleta e (B) segunda coleta. Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Em todos os casos, após os 30 dias de armazenamento a acidez titulável da polpa aumentou consideravelmente. Observa-se que o lote 3 foi o que apresentou o menor aumento da acidez em todas as coletas. Os lotes que não passaram por nenhum tratamento pós-colheita tiveram os maiores aumentos de acidez, mesmo apresentando uma acidez inicial mais baixa. É importante salientar que o processo de secagem a 60 °C durante 24 h produziu menor aumento na acidez da polpa, no entanto, resultou em menor acúmulo de óleo na polpa durante o armazenamento, efeito discutido anteriormente no item 5.1.2.4 deste trabalho.

Os resultados obtidos nas análises das três safras consecutivas indicam que se o objetivo for preservar os frutos da Macaúba, de forma com que a polpa se mantenha com menor acidez, o tratamento mais recomendável é a lavagem com água seguida por rápida imersão em solução clorada e posterior secagem em estufa a 60° C por 24 h. Contudo, a eficácia de um processo de secagem prévia deve ser dimensionando a partir do conhecimento dos teores iniciais de umidade e índice de acidez, buscando-se diminuir a quantidade de água sem que o processo promova a liberação de ácidos graxos.

### 5.1.3.5 Teor de óleo

A Tabela 32 mostra as médias dos teores de óleo da polpa da Macaúba (em base seca) logo após a coleta e tratamento, e após trinta dias de armazenamento. Durante todas as safras analisadas não se pôde definir se os tratamentos realizados influenciaram no teor de óleo da polpa, uma vez que cada coleta apresentou um comportamento diferente. É importante lembrar, que o teor de óleo sempre foi medido em base seca, e sendo assim, a variação de umidade da polpa não influencia no teor de óleo. Portanto, os diferentes teores encontrados são atribuídos à variabilidade dos frutos.

Tabela 32 - Valores médios do teor de óleo, % em base seca, da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup> coleta	1	47,82 ± 0,37 <sup>bB</sup>	57,60 ± 0,62 <sup>bA</sup>
	2	51,66 ± 0,63 <sup>aB</sup>	61,26 ± 1,68 <sup>aA</sup>
	3	47,00 ± 0,86 <sup>bB</sup>	52,86 ± 1,49 <sup>cA</sup>
2 <sup>a</sup> coleta	1	49,58 ± 0,64 <sup>aB</sup>	64,94 ± 1,08 <sup>aA</sup>
	2	48,99 ± 0,34 <sup>aB</sup>	63,91 ± 1,64 <sup>aA</sup>
	3	48,54 ± 1,20 <sup>aA</sup>	50,32 ± 0,51 <sup>bA</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Os teores de óleo da polpa logo após a coleta variaram entre 47,00% a 51,66%, sendo semelhantes aos das safras anteriores. Esses valores foram superiores aos encontrados por Ciconini *et al.* (2013) em frutos de quatro regiões distintas do estado de Mato Grosso do Sul, cujo teor médio de óleo em base seco foi de 25,07%, e por Lira *et al.*, 2013 que obteve teor de óleo igual a 32,76% em frutos oriundos de Contagem, MG. Entretanto, foram semelhantes aos encontrados por Martins (2013), em trabalho cujo objetivo foi avaliar o efeito de diferentes doses de radiação gama na manutenção da qualidade e no teor de óleo dos frutos de Macaúba obtidos em Sete Lagoas (MG), durante o armazenamento à temperatura ambiente. Segundo o autor, apesar da diferença inicial no teor de óleo entre o tratamento controle e a maior dose de radiação (46,51% e 49,32%), esta possivelmente não foi suficientemente expressiva

indicando uma mera diferença em decorrência da amostragem, sendo necessários mais estudos para elucidar essa questão.

Após trinta dias de armazenamento houve um aumento significativo no teor de óleo da polpa (Tabela 32), sendo que este aumento foi menor nos lotes que passaram pela secagem, da mesma forma que o ocorrido na safra anterior. Exceção a esse comportamento foi verificado apenas no lote 3 da segunda coleta, em que o aumento do teor de óleo não foi significativo. Este aumento do teor de óleo é relatado na literatura por diferentes autores e discutido ao longo deste trabalho.

#### 5.1.3.6 Índice de acidez do óleo

Os valores médios dos índices de acidez do óleo (mg KOH/g) logo após a coleta e tratamento, e sua variação após armazenamento encontram-se na Tabela 33.

Tabela 33 - Valores médios do índice de acidez (mg KOH/g) do óleo da polpa de Macaúbas coletadas em diferentes meses da safra 2013/2014, analisadas logo após a coleta e tratamento (tempo 0) e após 30 dias de armazenamento (tempo 30).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup> coleta	1	0,46 ± 0,2 <sup>ab</sup>	22,86 ± 0,67 <sup>bA</sup>
	2	0,87 ± 0,02 <sup>ab</sup>	24,12 ± 0,86 <sup>aA</sup>
	3	0,55 ± 0,04 <sup>ab</sup>	25,01 ± 0,62 <sup>aA</sup>
2 <sup>a</sup> coleta	1	0,44 ± 0,06 <sup>bb</sup>	19,84 ± 0,11 <sup>cA</sup>
	2	0,50 ± 0,07 <sup>bb</sup>	25,07 ± 0,18 <sup>aA</sup>
	3	0,81 ± 0,11 <sup>ab</sup>	22,9 ± 0,23 <sup>bA</sup>

Para cada coleta, médias na mesma coluna seguidas de letras minúsculas iguais não diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Médias na mesma linha, seguida por letras maiúsculas diferentes diferem pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Lote 1: coletados diretamente do chão; Lote 2: chão lavados com água e imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos à temperatura ambiente; Lote 3: chão lavados com água, imersos rapidamente em solução de hipoclorito de sódio e secos a 60 °C por 24 horas.

Inicialmente (tempo 0), o óleo de polpa Macaúba apresentou valores baixos de índice de acidez que vão desde a 0,44-0,87 mg de KOH/g, o que corresponde a cerca de 0,23-0,44% de acidez expressa em termos de ácido oleico. Os valores do índice de acidez do óleo obtido a partir de frutos que passaram por secagem depois da colheita (lote 3) foram iguais a 0,55 e 0,81 mg de KOH/g, valores próximos aos dos outros lotes e que ainda garantem a

especificação de acidez de um óleo de qualidade. Assim, nesse caso a combinação tempo e temperatura de secagem não afetou a qualidade do óleo.

Contudo, após os trinta dias de armazenamento ocorreu um acentuado aumento da acidez em todos os casos, indicando que nenhum dos tratamentos foi eficaz na manutenção da acidez dos óleos, nos mesmos padrões do valor no tempo zero. As variações do índice de acidez dos óleos podem ser vistas nas Figura 40 e Figura 41.

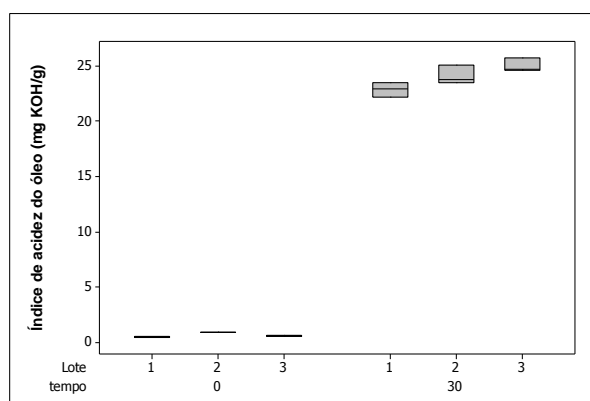


Figura 40 - Blox-Plot do índice de acidez do óleo da polpa versus lote versus tempo (frutos da primeira coleta).

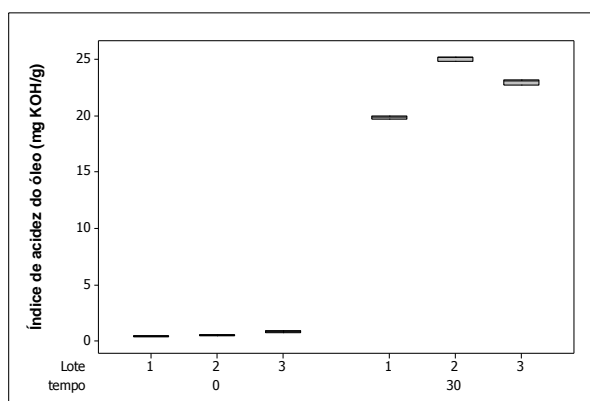


Figura 41 - Blox-Plot do índice de acidez do óleo da polpa versus lote versus tempo (frutos da segunda coleta).

Acreditava-se que como nas duas safras anteriores, após os 30 dias de armazenamento a polpa do lote 3 possuía sempre a menor acidez titulável, o índice de acidez do óleo obtido a partir dos frutos desse lote também fosse os menores. No entanto, nas duas coletas o lote que apresentou o menor índice de acidez do óleo foi o lote 1. Este resultado indica que apesar dos dois tratamentos testados (higienização com hipoclorito de sódio e higienização com

hipoclorito de sódio seguido de secagem) serem mais eficientes na manutenção da acidez da polpa, não são suficientes para garantir que os frutos possam ser armazenados e ainda assim, sejam capazes de produzir um óleo de qualidade, com baixa acidez. Sendo assim, a recomendação ainda é o processamento após a coleta o mais rápido possível.

A Tabela 34 mostra os valores dos índices de acidez transformados em percentual de ácidos graxos livres, expressos com base no % de ácido oleico. Diferentes valores são encontrados na literatura, provavelmente resultantes da grande variabilidade existente para essa matéria-prima, diferenças na idade das palmeiras, no estágio de maturação dos frutos processados e da metodologia de extração. Nunes (2013), Ferrari e Azevedo Filho (2012), Coimbra e Jorge (2011a), encontram valores de índice de acidez para óleo da polpa da Macaúba de 1,06%, 2,10% e 9,43% respectivamente, sendo que estes valores foram maiores do que encontrado logo após a coleta em todos os tratamentos.

Tabela 34 - Percentual de ácidos graxos livres (% em ácido oleico) do óleo da polpa da Macaúba (safra 2013/2014).

	Lote	Tempo 0	Tempo 30
1 <sup>a</sup> coleta	0	0,23 ± 0,01	11,49 ± 0,34
	2	0,44 ± 0,01	12,12 ± 0,44
	3	0,28 ± 0,02	12,60 ± 0,31
2 <sup>a</sup> coleta	0	0,22 ± 0,3	9,97 ± 0,05
	2	0,25 ± 0,4	12,60 ± 0,09
	3	0,41 ± 0,05	11,56 ± 0,12

Em estudo para avaliar a umidade da polpa da Macaúba e a qualidade do óleo de polpa extraído dos frutos após a secagem em diferentes condições de tempo e temperatura (variando entre 0,75 e 9,25 h e 47,6° e 132,4° C), Santos *et al.* (2013) verificaram que o índice de acidez variou muito pouco em função do aumento da temperatura, entretanto, a acidez foi altamente afetada pelo aumento do tempo de exposição ao calor.

Aquino *et al.* (2009) trabalhando com a qualidade do óleo de pequi, seco ao sol e em estufa por tempos e temperaturas diferentes, verificaram que o tempo de secagem influenciou a acidez do óleo somente na secagem em estufa e na maior temperatura (60 °C).

Martins (2013) avaliou a influência de diferentes combinações de tempo, expresso em dias (d) e temperatura de secagem na acidez do óleo do mesocarpo, a saber: sem secagem, 45°C/4d, 65°C/4d, 45°C/8d, 65°C/8d. Essas diferentes combinações proporcionaram diferentes teores de umidade, iguais a 48,67%, 37,18%, 17,24%, 19,62% e 8,24%, respectivamente, os

quais tiveram influência direta na vida pós-colheita e qualidade do óleo obtido. Na primeira avaliação (0 dias de armazenamento) não houve diferença entre os tratamentos de secagem para o índice de acidez. Após 30 dias de armazenamento a acidez variou entre 1,91% e 11,41% dependendo do tratamento, sendo que o menor valor obtido foi na secagem a 65° C por 4d e o maior no frutos sem tratamento. A secagem intensa dos frutos (65°C/8d) foi altamente eficiente no controle da progressão do índice de acidez, mantendo os menores índices de acidez no decorrer do armazenamento, atingindo 3,24% aos 120 dias.

Após os 30 dias de armazenamento, os índices de acidez expressos em % de ácido oleico foram maiores dos que encontrado por Martins (2013), mas é importante lembrar que o tempo de secagem utilizado pelo autor foi 4 ou 8 vezes maior que o utilizado neste trabalho. Apesar da combinação 65°C/8 dias, utilizada por esse autor, ter se mostrado eficiente na manutenção do índice de acidez do óleo, é necessário fazer um estudo da viabilidade econômica de manter os frutos durante 8 dias em estufa, avaliando fatores do consumo de energia conjuntamente com a quantidade de fruto e espaço necessário, principalmente quando se objetiva uma produção industrial, mesmo de pequeno porte. Por se tratar de uma agroindústria de frutos que se desenvolvem em regiões de Cerrado, que são regiões de temperatura elevada, o uso de estufa solares pode ser uma boa opção.

## **5.2 Acompanhamento das características físico-química da polpa e óleo obtidos de frutos armazenados presos ao cacho**

Nesta parte do trabalho pretendeu-se avaliar o sistema de coleta do cacho inteiro e o processamento após a queda dos frutos. O cacho foi apresentado na Figura 13, sendo que o destaque é para o fato do mesmo estar praticamente completo, em outras palavras apenas alguns frutos haviam caído ou se perdido no processo de retirada do cacho da palmeira e transporte até o laboratório.

O número de frutos desprendidos em cada dia de análise e a massa total destes frutos está apresentado na Tabela 35. Segundo Silva (2011), o processo de abscisão (desprendimento) ocorre em camadas específicas de células, denominadas camada de abscisão ou zona de abscisão. Elas se tornam morfológicamente diferenciadas durante o desenvolvimento do órgão vegetal, envolvendo a ativação de diferentes enzimas, como celulasas e pectinases.

Tabela 35 - Quantidade e massa total dos frutos desprendidos durante o armazenamento do cacho inteiro.

Tempo *	Total de frutos caídos	Desprendimento acumulado (%)	Massa dos frutos (kg)
1	-	-	-
5	44	6,35	1,502
8	229	39,39	7,519
12	242	74,31	7,539
15	46	80,95	1,377
19	19	83,69	0,553
22	7	84,70	0,129
26	22	87,88	0,560
29	32	92,50	0,821
33	28	96,54	0,680
36	24	100,00	0,550
Total	693	-	21,23

\* Dias decorrido após a retirada do cacho inteiro.

Desconsideradas as eventuais perdas, o cacho deste trabalho coletado em Taquaraçu de Minas continha 693 frutos, tendo sido contabilizado a massa de 21 kg de frutos, sendo este valor maior do que o encontrado por Ciconini *et al.* (2013), que analisou diferentes palmeiras de *Acrocomia aculeata* do bioma Cerrado e Pantanal no Mato Grosso do Sul e que cuja maior massa total dos frutos presentes em um cacho foi igual a 9,3kg.

Destaca-se que o total de frutos desprendidos durante o transporte do cacho até a chegada ao laboratório, ou seja, após um dia de coleta não foram computados. A contagem começou a ser feita após o quinto dia da coleta, sendo que a maior parte dos frutos só se soltava do cacho quando o mesmo era virado. O número de frutos desprendido foi maior no oitavo e décimo segundo dia de coleta. Depois deste período o número de frutos que se soltavam começou a diminuir, sendo que a partir de vinte e nove dias de coleta os frutos só se desprenderam após processos forçados de viragem do cacho. Este fenômeno pode ser um indicativo da maturação não homogênea dos frutos em um mesmo cacho. Em outras palavras, pode ser um indicativo de que somente os frutos que se soltaram naturalmente do cacho estavam no tempo natural de abscisão. Essa situação será mais bem avaliada com a apresentação sequencial dos resultados.

O desprendimento total de todos os frutos do cacho ocorreu no trigésimo sexto dia após a coleta do cacho. Silva (2011) avaliou o efeito de reguladores na maturação pós-colheita

de frutos da Macaúba, oriundos de um maciço natural localizado no Sudeste do estado do Pará (região Norte do Brasil), que foram armazenados no cacho em um galpão na mesma região, e observou um desprendimento total dos frutos em um período de tempo cerca de 3 vezes menor (no décimo primeiro dia de avaliação), com o maior percentual de desprendimento de frutos ocorrendo no 3º dia e com uma diminuição acentuada no desprendimento observada no 4º dia.

Neste trabalho, os frutos que caíram nos primeiros dias apresentavam a característica de estarem verdes, principalmente porque as cascas estavam bem aderidas na polpa. Contudo, a partir do quinto dia observou-se que as cascas estavam mais soltas, indicando um estágio mais avançado de maturação. No décimo segundo dia, os pedúnculos começaram a amarelar e as cascas estavam mais soltas, tendo sido verificado a presença de um espaço vazio entre a casca e a polpa. A partir do décimo quinto dia, começaram a aparecer os primeiros sinais de mofo nas polpas. Do vigésimo sexto dia em diante, a maior parte dos frutos selecionados apresentou algum grau de deterioração. Foi constatado que com o tempo decorrido da coleta, à medida que o fruto ia amadurecendo, a polpa da Macaúba adquiria uma consistência mais mole e sequencialmente começava a apresentar um aspecto mais seco em função da perda natural de umidade, sendo que com 33 dias após coleta do cacho, os frutos estavam bem secos. O Apêndice F mostra algumas fotos dos frutos da Macaúba durante o armazenamento.

### **5.2.1 Massa total e das partes do fruto da Macaúba**

O valor médio da massa total e de cada parte do fruto da Macaúba ao longo do período de armazenamento dos frutos no cacho é apresentada na Tabela 36. Após 36 dias de armazenamento, a massa média do fruto inteiro variou de 35,82 g para 24,45 g, o que representa uma redução de 31,74 %. A média da massa total dos frutos após o primeiro dia de coleta do cacho foi semelhante ao encontrado nos frutos coletados de um cacho também retirado de uma palmeira de Taquaraçú de Minas, na segunda etapa deste trabalho realizada na safra 2012/2013 (item 5.1.2.1), cujo valor médio foi 36,77 g. Entretanto, este valor difere dos valores encontrado por Machado *et al.* (2014) ao avaliar dois ecotipos diferentes de Macaúba, o *totai* (obtido no Paraná) e *sclerocarpa* (obtida em Minas Gerais), cuja massa total foram respectivamente, 19,67 g e 66,76 g.

Tabela 36 - Médias da massa (g) total e das partes do fruto de Macaúba ao longo do período de armazenamento dos frutos no cacho.

Tempo *	Massa total (g)	Massa casca (g)	Massa polpa (g)	Massa endocarpo + amêndoa (g)
1	35,82 ± 2,55	9,00 ± 0,46	14,09 ± 0,69	11,44 ± 1,45
5	35,40 ± 2,77	9,66 ± 0,61	13,67 ± 1,01	11,24 ± 1,37
8	34,22 ± 1,67	9,26 ± 0,33	13,29 ± 0,59	11,37 ± 0,97
12	32,20 ± 2,78	8,65 ± 0,69	12,59 ± 1,05	10,95 ± 1,34
15	30,74 ± 1,09	8,20 ± 0,43	11,68 ± 0,67	10,72 ± 0,28
19	29,62 ± 2,04	7,62 ± 0,45	10,73 ± 0,95	10,76 ± 1,11
22	25,61 ± 3,31	6,39 ± 1,07	9,08 ± 1,42	9,95 ± 0,87
26	25,23 ± 2,37	6,34 ± 0,88	8,43 ± 0,98	10,01 ± 0,76
29	26,33 ± 2,28	6,78 ± 0,81	8,44 ± 1,08	10,86 ± 0,89
33	24,77 ± 2,31	6,00 ± 0,59	7,70 ± 0,70	10,83 ± 1,50
36	24,45 ± 2,51	5,74 ± 0,57	7,92 ± 0,71	10,59 ± 1,44

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro.

A quantidade de cada parte do fruto é uma característica importante, refletindo na valorização do extrativismo dos frutos (SANJINEZ-ARGANDOÑA e CHUBA, 2011). No primeiro dia de análise a proporção de cada parte do fruto foi semelhante ao encontrado na safra 2012/2013, mas diferiu bastante do que foi relatado por Machado *et al.* (2014) em relação aos frutos obtidos em Minas Gerais, conforme pode ser visto na Tabela 37.

Tabela 37 - Composição do fruto da Macaúba (safra2014/2015).

	Safra 2014/2015	Safra 2012/2013	Machado <i>et al.</i> (2014)
Casca (%)	26,11	24,01	34
Polpa (%)	40,86	37,74	47
End + Amend (%)	33,03	38,25	19*

\*Adaptado de Machado *et al.* (2014).

A redução da massa ao longo do período de armazenamento está associada principalmente à saída de água em decorrência da transpiração e respiração dos frutos (SOUZA, 2013). Observando a Tabela 36 verifica-se que a diminuição da massa total foi mais lenta a partir de vinte dois dias de armazenamento. A polpa foi a parte do fruto que apresentou a maior redução após os trinta e seis dias, próximo de 44 %, e o conjunto endocarpo + amêndoa apresentou a menor variação da massa, com uma redução de cerca de 7%, provavelmente devido ao fato de ser a parte mais interna do fruto, o que torna a perda de

umidade mais difícil. Esses resultados são similares aos obtidos nas coletas de frutos soltos das três safras avaliadas neste trabalho.

A perda de massa total e de cada parte ao longo do armazenamento pode ser observada na Figura 42, onde se verifica que a perda de massa apresentou um comportamento linear em todas as partes do fruto, de tal forma que o aumento dos dias levou a uma diminuição da massa.

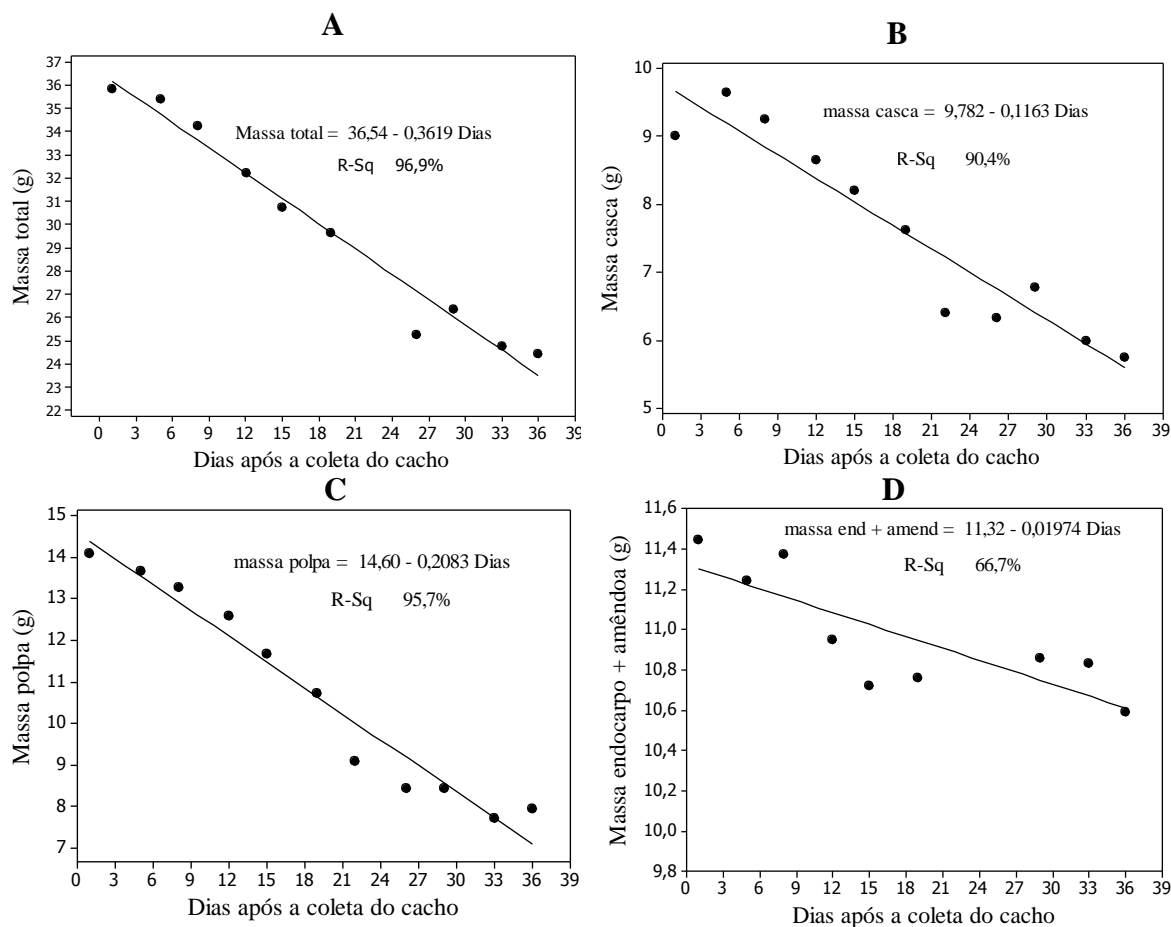


Figura 42 - Variação da massa total e das partes dos frutos da Macaúba durante o armazenamento do cacho: (A) massa total; (B) massa da casca; (C) massa da polpa; (D) massa do endocarpo + amêndoa.

Para todos os modelos propostos neste trabalho foi realizado um teste de hipóteses em relação ao componente linear e quadrático (quando utilizado) onde foi verificado que as variáveis de cada modelo foram significativas (ao nível de significância de 5%). Em relação às hipóteses dos modelos, em todos os casos observou-se que os resíduos sugerem dados não autocorrelacionados, com variância constante e com distribuição normal. Nos casos em que as hipóteses do modelo não foram verificadas, repetiu-se a análise de regressão com a retirada dos pontos outliers, sendo verificada em seguida a adequação do modelo.

### 5.2.2 Umidade

A variação da umidade da polpa durante o período que os frutos ficaram armazenados, tanto presos ao cacho, quanto em cestos plásticos encontra-se na Tabela 38. Lembrando que no tempo de 8 dias da coleta do cacho, o excedente dos 24 frutos que se soltaram do cacho e passariam por análise imediata foi armazenado em cestos plásticos com o objetivo de se verificar as diferenças das propriedades dos frutos que ainda se soltariam com as dos frutos soltos naquela data, ambos armazenados ao ar livre.

Tabela 38 - Variação da umidade (% base úmida) da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015).

Tempo *	Frutos presos ao cacho	Frutos armazenados em cestos plásticos
1	46,77 ± 0,31	
5	43,23 ± 0,08	
8	43,40 ± 0,59	
12	44,88 ± 0,25	44,19 ± 0,19
15	42,99 ± 0,20	42,66 ± 0,48
19	37,64 ± 1,04	36,55 ± 0,94
22	31,59 ± 0,66	33,98 ± 0,39
26	33,53 ± 0,59	29,97 ± 0,76
29	28,78 ± 0,66	28,93 ± 0,46
33	21,69 ± 0,99	21,95 ± 0,29
36	14,16 ± 0,74	19,74 ± 0,36

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro.

O teor de umidade da polpa dos frutos que ficaram armazenados presos ao cacho variou de 46,77% a 14,16%, o que corresponde a uma redução de 70% após trinta e seis dias de armazenamento. Nos frutos que ficaram armazenados em cestos plásticos após o desprendimento do cacho, o teor de umidade após os trinta e seis dias foi superior (19,74%) ao dos frutos que permaneceram no cacho. Observa-se na Tabela 38 que a umidade dos frutos armazenados presos ao cacho e dos frutos armazenados nos cestos foram semelhantes ao longo de todo o período do armazenamento, apresentando uma maior diferença apenas no último dia analisado. Assim, pode-se atribuir esta diferença pontual na umidade da polpa dos frutos que ficaram na camada inferior do cesto, provavelmente por terem sofrido uma menor circulação de ar, principalmente porque durante todo o tempo de armazenamento havia frutos

sobre os mesmos e também porque não havia furos na camada inferior do cesto. Adicionalmente, os frutos remanescentes nos cachos estavam em menor quantidade e mais espalhados, o que propiciava uma maior exposição ao ar.

O valor inicial de umidade (46,77%) foi semelhante ao encontrado por Machado *et al.* (2014) tanto em frutos coletados em Minas Gerais quanto nos frutos coletados no Paraná, ambos em torno de 45-46%.

A Figura 43 mostra o comportamento linear de perda de umidade tanto dos frutos armazenados presos ao cacho e como dos frutos armazenados em cestos plásticos após o desprendimento.

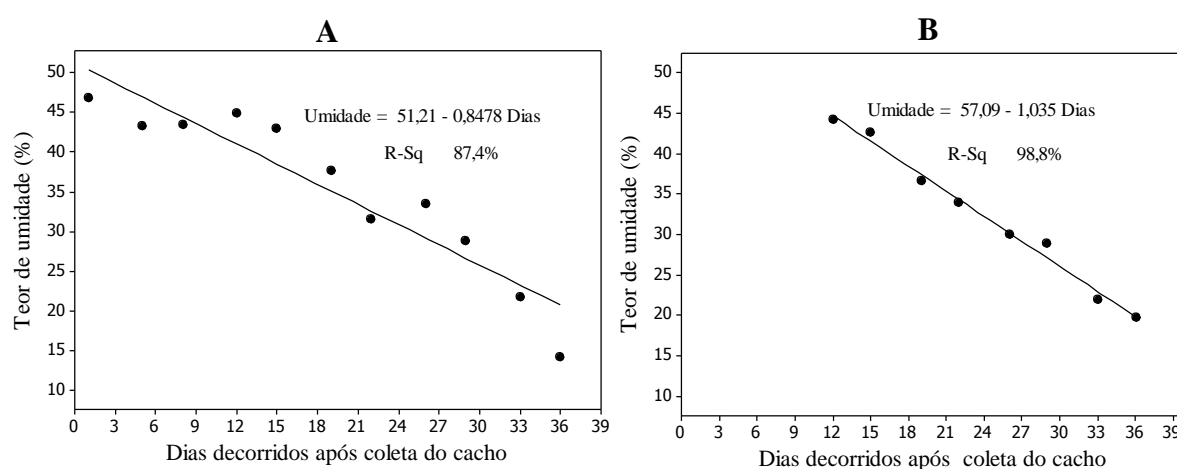


Figura 43 - Variação do teor de umidade dos frutos armazenados no cacho (A) e fora do cacho (B).

Lembrando que tanto o cacho como o cesto plástico, nos quais estavam os frutos, estavam armazenados no mesmo ambiente, vale descrever o que a literatura apresenta. O alimento está sempre trocando umidade com o ambiente em que se encontra. Quando a umidade relativa da atmosfera que circunda o alimento correspondente a uma atividade de água inferior a do alimento, o alimento tenderá a perder umidade. Ao passo que a ocorrência da situação inversa, a superfície do alimento tenderá a ser mais úmido (SILVA, 2000). Diante dessa explanação, buscou-se levantar os dados das condições climáticas na cidade de Belo Horizonte, no período de análise, apresentada na Tabela 39. Observa-se que na maioria dos dias avaliados, nos períodos em que houve um aumento da umidade da polpa (Figura 43) correspondem justamente aos períodos em que houve um aumento da umidade relativa do ar.

Tabela 39 - Condições climáticas ao longo do período de armazenamento do cacho.

Dias após coleta cacho	Data	T (°C)	Umidade Relativa (%)
1	29/01/2015	25,14	63,75
5	02/02/2015	26,20	51
8	05/02/2015	21,04	85,25
12	09/02/2015	21,14	87,75
15	12/02/2015	26,20	45,25
19	16/02/2015	23,06	63,75
22	19/02/2015	22,20	75,25
26	23/02/2015	24,62	54,50
29	26/02/2015	25,10	62
33	02/03/2015	22,86	62,75
36	05/03/2015	23,36	66

Fonte: INMET, 2015.

### 5.2.3 Atividade de água ( $a_w$ )

O conhecimento da quantidade de água livre disponível nos alimentos, medido pela propriedade denominada atividade de água, permite prever a estabilidade e a segurança do alimento. A atividade enzimática está diretamente relacionada com a atividade de água a qual é determinada pela interação com a água e os solutos presentes no tecido vegetal. A lipase está envolvida na degradação dos triglicerídeos, o que gera uma quantidade elevada de ácidos graxos livres e conseqüentemente o aumento da acidez do óleo, o tornando impróprio para o consumo humano e para a produção de biodiesel. A peroxidase catalisa a degradação peroxidativa dos ácidos graxos insaturados, com a formação de compostos de degradação que depreciam sua qualidade e valor de mercado (KWAK *et al.*, 1996). A Tabela 40 apresenta a variação da atividade de água ao longo do período de armazenamento.

Tabela 40 - Atividade de água da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015).

Tempo *	Frutos presos ao cacho	Frutos armazenados em cestos plásticos
1	0,975 ± 0,002	
5	0,971 ± 0,002	
8	0,967 ± 0,002	
12	0,965 ± 0,002	0,965 ± 0,001
15	0,955 ± 0,001	0,955 ± 0,001
19	0,952 ± 0,004	0,947 ± 0,004
22	0,924 ± 0,003	0,945 ± 0,003
26	0,907 ± 0,002	0,929 ± 0,002
29	0,926 ± 0,004	0,921 ± 0,002
33	0,880 ± 0,006	0,884 ± 0,003
36	0,727 ± 0,010	0,855 ± 0,001

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro

Tanto para os frutos que ficaram armazenados no cacho como para os frutos que ficaram em cestos plásticos após o desprendimento, houve uma redução da  $a_w$ , passando de 0,975 para 0,727 e 0,965 para 0,855, respectivamente. TAPETI *et al.* (2013) verificaram que a atividade enzimática (lipases e peroxidases) em polpa de frutos de Macaúba apresentou um decréscimo ao longo do período de armazenamento concomitante à redução da atividade de água. BORRMANN *et al.* (2009), estudando grãos de soja sob condições de déficit hídrico, verificaram que a atividade de enzimas foi menor onde a  $a_w$  encontrava-se na faixa de 0,6 e 0,7.

Em um estudo de caracterização da polpa da Macaúba para aplicação em alimentos, Oliveira *et al.* (2013) encontrou  $a_w$  igual 0,925 em polpa de frutos de Macaúba coletados no estado de Ceará, sendo este valor semelhante ao obtido neste trabalho após vinte e dois dias de coleta do cacho. Valor semelhante (0,92) a esse foi obtido por Oliveira *et al.* (2014) na determinação de compostos bioativos e parâmetros físico químicos da polpa de frutos de Macaúba também coletados no Ceará.

Segundo Gava *et al.* (2008), ligeiras variações na umidade de um alimento com alta quantidade de água influem muito pouco na sua  $a_w$ , entretanto, baixas quantidades de água influem de forma significativa. Esse comportamento pode ser notado neste trabalho, uma vez que a atividade de água decresceu lentamente (Tabela 40) na polpa dos frutos de Macaúba ao longo do período de armazenamento, sendo que a partir do décimo nono dia ela passou a

apresentar diferenças maiores. Após os trinta e seis dias de armazenamento a  $a_w$  foi menor nos frutos que ficaram mantidos no cacho, o que corrobora com o teor de umidade que teve o mesmo comportamento.

A Figura 44 mostra o comportamento de diminuição da atividade de água da polpa dos frutos armazenados presos ao cacho e dos frutos armazenados em cestos plásticos após o desprendimento. No período avaliado, a tendência de queda do valor de  $a_w$  foi melhor representada por um modelo linear nos frutos armazenados presos ao cacho (A) e por um modelo quadrático para os frutos armazenados no cesto (B).

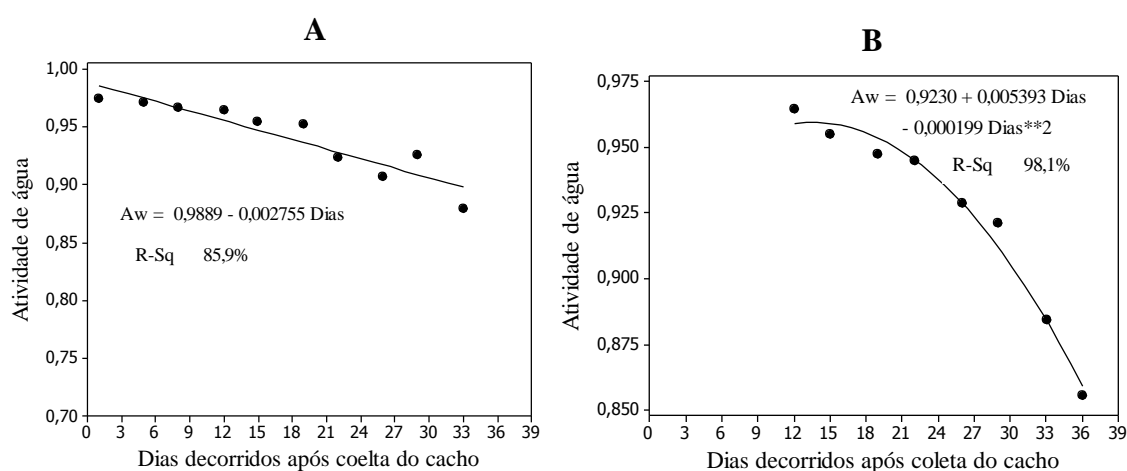


Figura 44 - Variação da atividade de água ( $A_w$ ) dos frutos armazenados no cacho (A) e nos cestos plásticos (B).

#### 5.2.4 Teor de óleo

Pouco se sabe sobre a síntese e acúmulo de óleo na Macaúba, sendo que a determinação do ponto de maior acúmulo de óleo poderá definir o momento mais adequado para o processamento dos frutos (SOUZA, 2013). O teor de óleo na polpa, medido em base seca, ao longo do período de armazenamento é mostrado na Tabela 41.

Tabela 41 - Teor de óleo (% base seca) da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015).

Tempo *	Frutos presos ao cacho	Frutos armazenados em cestos plásticos
1	43,43 ± 0,79	
5	46,66 ± 0,50	
8	48,00 ± 0,24	
12	49,89 ± 0,89	47,04 ± 1,62
15	48,90 ± 0,91	48,90 ± 0,14
19	50,71 ± 0,57	49,53 ± 0,41
22	50,15 ± 1,03	50,85 ± 0,54
26	52,77 ± 1,16	51,50 ± 1,09
29	52,64 ± 0,32	53,38 ± 0,55
33	52,95 ± 0,06	52,06 ± 0,73
36	52,37 ± 0,05	54,71 ± 0,55

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro.

Observou-se um incremento do teor de óleo na polpa dos frutos durante o período de armazenamento, tanto nos frutos que ficaram armazenados presos ao cacho, cujo valor passou de 43,43% para 52,37%, correspondendo a aumento percentual de cerca de 20%, quanto nos frutos armazenados em cestos plásticos, que apresentaram uma variação de 47,04% para 54,71%. A conversão de reservas após a colheita é um fenômeno conhecido em frutos que apresentam padrão climatérico de respiração (CHITARRA e CHITARRA, 2005) e este incremento de óleo pós-colheita pode estar relacionado à interconversão de reservas do fruto (GOULART, 2014). Ainda segundo este autor, que avaliou o amadurecimento pós-colheita de frutos de Macaúba, os padrões de evolução de CO<sub>2</sub> e de etileno ao longo do armazenamento são compatíveis com aqueles de frutos climatéricos, ou seja, que apresentam pronunciado aumento na taxa respiratória durante o amadurecimento. Destaca-se que o aumento do teor de óleo com o armazenamento foi verificado em todos os estudos realizados nas etapas ou safras anteriormente relatadas.

Verifica-se ainda na Tabela 41 que o teor de óleo apresenta uma tendência de permanecer constante. Neste experimento o teor de óleo ficou em torno de 52% nos frutos que ficaram armazenados presos ao cacho. Nos frutos armazenados nos cestos, observa-se que entre o vigésimo sexto dia e o trigésimo terceiro dia houve oscilações no valor do teor de óleo, comportamento este que pode ser atribuído a variabilidade dos frutos. Souza (2013) encontrou um ponto de máximo do teor de lipídios após 11 dias para frutos que haviam sido

destacados do cacho. No estudo realizado por Martins (2013) o ponto de conversão máximo, cerca de 56% de óleo, foi obtido em torno de 30 dias.

As análises de regressão dos dados no período de incremento do teor de óleo são apresentadas na Figura 45. Destaca-se que, para os para os frutos que foram mantidos em cestos plásticos após o desprendimento, o valor do teor de óleo final ficou um pouco maior do que o valor obtido com os frutos que ficaram presos ao cacho, com uma variação de 2,34 %. No primeiro caso o melhor ajuste dos dados é representado por um modelo quadrático enquanto para o segundo caso o modelo linear se ajustou melhor.

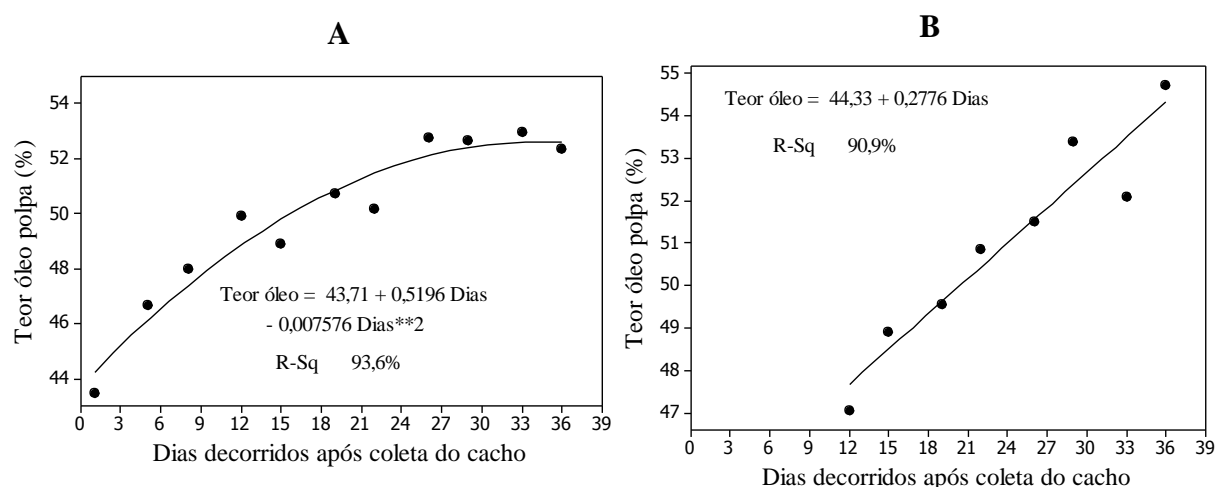


Figura 45 - Variação do teor de óleo (% base seca) da polpa dos frutos da Macaúba armazenados no cacho (A) e no cesto (B).

Os teores de óleo obtidos nesta safra foram menores dos que os obtidos na safra 2012/2013 também em frutos de Taquaraçu de Minas, cujo valor inicial foi de 45,70% e após trinta dias de armazenamento fora do cacho aumentou para 56,08%. Essa diferença pode estar associada ao estágio de maturação dos frutos no momento da retirada do cacho da palmeira.

Segundo Machado *et al.* (2014), o teor de lipídios pode variar dependendo de características genéticas e do ambiente, sendo afetado também pelo grau de maturação. Esses autores relataram que frutos coletados de palmeiras localizadas em Minas Gerais e Paraná apresentaram valores iguais a 32,76% e 32,05%, respectivamente. Valores esses bem menores que os obtidos no presente trabalho.

### 5.2.5 Acidez titulável da polpa

A acidez é um importante parâmetro na apreciação do estado de conservação de um produto alimentício. Um processo de decomposição do alimento durante sua estocagem seja por hidrólise, oxidação ou fermentação, geralmente altera quase sempre a concentração de íons de hidrogênio e conseqüentemente sua acidez (MAGRO, 2006). A variação da acidez titulável (%) da polpa da Macaúba pode ser vista na Tabela 42.

Tabela 42 - Acidez titulável (%) da polpa da Macaúba durante o armazenamento (safra 2014/2015).

Tempo *	Frutos presos ao cacho	Frutos armazenados em cestos plásticos
1	0,91 ± 0,10	
5	1,36 ± 0,18	
8	1,79 ± 0,04	
12	2,39 ± 0,06	2,40 ± 0,08
15	3,19 ± 0,14	3,23 ± 0,05
19	4,73 ± 0,18	4,85 ± 0,10
22	7,05 ± 0,08	6,95 ± 0,22
26	8,52 ± 0,85	8,13 ± 0,32
29	9,57 ± 0,39	10,65 ± 0,43
33	9,79 ± 0,20	11,94 ± 0,45
36	10,64 ± 0,29	13,41 ± 0,33

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro

A acidez da polpa variou de 0,91% a 10,64% nos frutos que foram mantidos presos ao cacho, e de 2,40% a 13,41% nos frutos que foram armazenados em cestos plásticos após o despreendimento do cacho. A acidez titulável determinada por Oliveira *et al.* (2014) em polpa de Macaúba colhidas no Ceará foi igual a 1,43%, sendo que este valor se assemelha ao obtido após 5 dias de coleta nos frutos armazenados no cacho.

Os valores da acidez titulável foram semelhantes nos frutos presos ao cacho e nos frutos armazenados em cestos plásticos até o vigésimo sexto dia após a coleta do cacho. Após esse período, constatou a tendência ao aumento da velocidade de acidificação dos frutos armazenados fora do cacho. Nessa situação cabe a mesma análise apresentada para a umidade. Foi constatada uma maior umidade final nos frutos armazenados no cesto, que foi atribuída a menor circulação de ar nesses frutos. Essa maior umidade pode ter propiciado um maior valor de acidez na polpa. A acidez titulável da polpa durante o armazenamento (Figura 46)

apresentou um comportamento linear, tanto para os frutos armazenados presos no cacho quanto nos frutos armazenados nos cestos, de tal forma que o aumento dos dias aumenta a acidez.

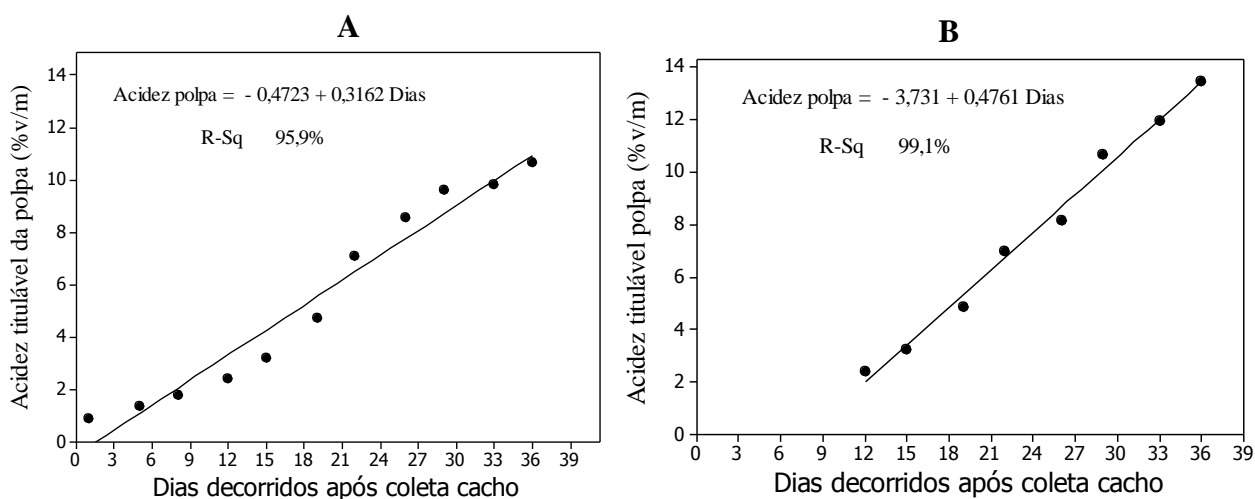


Figura 46 - Variação da acidez titulável da polpa de frutos armazenados no cacho (A) e frutos armazenados no cesto (B).

### 5.2.6 Índice de acidez e estabilidade oxidativa do óleo da polpa da Macaúba

A qualidade do óleo e o seu estado de conservação podem ser expressos pelos valores de índice de acidez e da estabilidade oxidativa, sendo que estas características estão diretamente relacionadas com a natureza e a qualidade do material de origem, pureza, condições de processamento e conservação (GOULART, 2014).

O índice de acidez expressa a quantidade de ácidos graxos livres presente em uma amostra de óleo, enquanto a estabilidade oxidativa refere-se à capacidade do óleo vegetal em resistir às reações de oxidação que ocorrem quando o oxigênio atmosférico ou aquele que está dissolvido no óleo reage com ácidos graxos insaturados. A variação do índice de acidez do óleo (mg KOH/g de amostra) e da estabilidade oxidativa é apresentada na Tabela 43.

O óleo obtido dos frutos recém-coletados (1 dia) apresentou um índice de acidez baixo, igual a 0,59 mg KOH/g, o que corresponde a aproximadamente 0,30 % de acidez em ácido oleico. Este valor é mais baixo do que o encontrado por Goulart (2014) que obteve um índice de acidez igual a 0,48% em óleo obtido também de frutos recém-coletados. O mesmo autor relata ainda a elevação do índice de acidez do óleo da polpa ao longo do armazenamento, o que também foi apresentado no presente trabalho.

Tabela 43 - Médias do índice de acidez (mg KOH/ g amostra) e estabilidade oxidativa do óleo obtido de frutos armazenados por diferentes tempos (safra 2014/2015).

Tempo *	Índice de acidez (mg KOH/g de amostra)		Estabilidade oxidativa (h)	
	Frutos presos ao cacho	Frutos armazenados em cestos plásticos	Frutos presos ao cacho	Frutos armazenados em cestos plásticos
1	0,59 ± 0,07		15,80 ± 0,05	
5	1,34 ± 0,04		11,84 ± 0,08	
8	1,58 ± 0,04		13,85 ± 0,04	
12	1,54 ± 0,001	1,19 ± 0,03	16,81 ± 0,04	13,23 ± 0,04
15	1,26 ± 0,004	1,32 ± 0,02	15,37 ± 1,51	14,29 ± 0,23
19	1,05 ± 0,02	1,12 ± 0,02	22,76 ± 0,30	18,74 ± 1,65
22	-	2,09 ± 0,02	-	19,74 ± 1,23
26	24,28 ± 0,34	6,07 ± 0,05	12,75 ± 0,13	16,85 ± 0,57
29	3,36 ± 0,07	10,90 ± 0,09	21,02 ± 0,06	17,07 ± 0,01
33	13,96 ± 0,01	7,93 ± 0,09	21,60 ± 3,15	17,25 ± 0,16
36	9,40 ± 0,09	11,94 ± 0,22	10,63 ± 0,28	14,42 ± 0,59

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro

Baixo teor de ácidos graxos livres é fundamental na produção de biodiesel pelo processo de transesterificação, pois podem reagir com o catalisador alcalino formando produtos saponificados, diminuindo a eficiência de conversão (KUSDIANA e SAKA, 2001; NAVARRO-DÍAZ *et al.*, 2014). Para a indústria alimentícia e farmacêutica, elevada acidez compromete o processamento e a qualidade final do óleo, uma vez que provoca profunda modificação da fração lipídica, proporcionando alterações sensoriais (GÓMEZ-PINÓL e BORONAT, 1989).

Apesar de ter ocorrido um aumento do índice de acidez após o período de armazenamento, passando de 0,59 para 9,40 mg KOH/g (frutos armazenados no cacho) e de 1,19 para 11,94 mg KOH/g (frutos armazenados em cestos), observa-se que até 19 dias após a coleta do cacho, este aumento foi pouco expressivo. A partir do período de 20 dias o comportamento do índice de acidez foi variado, hora aumentando e hora diminuindo, conforme pode ser visto na Figura 47. Essa variação no comportamento do índice de acidez pode ser devido a diferenças na amostragem, principalmente pelo fato de que a partir do décimo dia de coleta do cacho, começaram a aparecer os primeiros frutos mofados e com a polpa mais mole, sendo que estes sinais de degradação apareciam em quantidades de frutos diferentes em cada dia de análise. Este fato indica que existem diferenças na velocidade de maturação ou de senescência dos frutos contidos em um mesmo cacho.

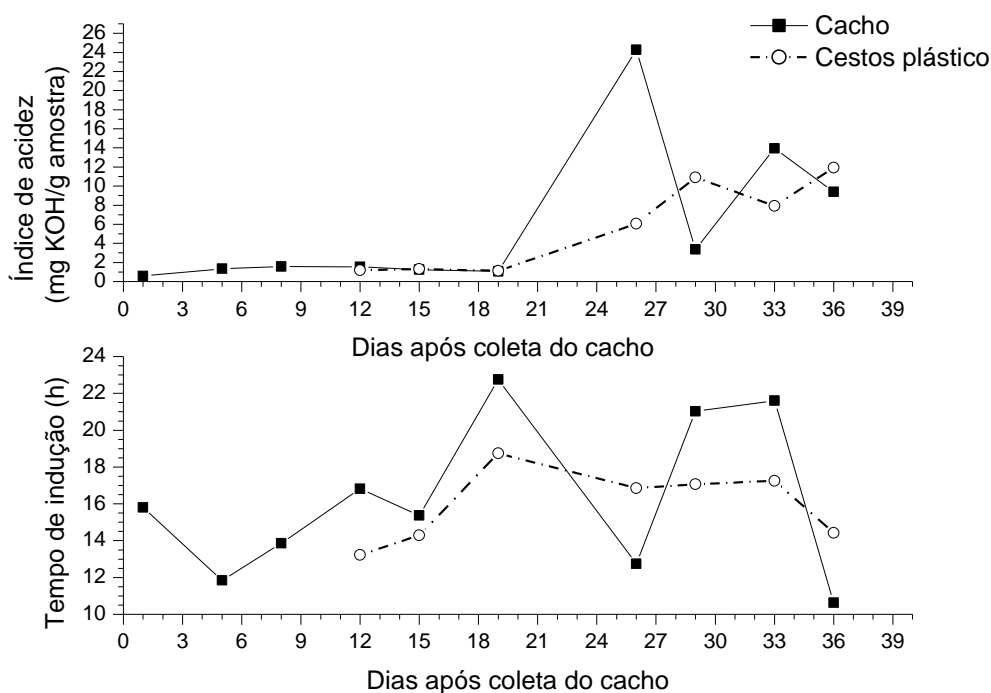


Figura 47 - Variação do índice de acidez (mg KOH/g) e da estabilidade oxidativa do óleo da polpa de frutos de Macaúba armazenados no cacho e fora do cacho.

A estabilidade oxidativa é uma importante propriedade de óleos vegetais, lubrificantes e biodiesel. Essa informação é útil para ajudar a determinar condições e tempo de armazenamento, além de auxiliar na determinação da necessidade do uso de antioxidantes. A oxidação de óleos vegetais e biodieseis ocorre em diferentes velocidades, de acordo com a quantidade e posição das insaturações na cadeia (MELO *et al.*, 2014).

O valor inicial de 15,8 horas para a estabilidade oxidativa do óleo da polpa deste trabalho é superior ao valor de 7,5 h relatado por Melo *et al.* (2014) e do valor de 11,32h encontrado por Coimbra e Jorge (2011a). Destaca-se que, além dos processos relacionados à senescência natural do fruto, fatores como a colonização por patógenos exercem grande influência sobre a estabilidade oxidativa de óleos vegetais (GOULART, 2014). Em ambos os óleos, obtidos a partir dos frutos armazenados presos ao cacho e dos frutos armazenados no cesto, verificou-se que o comportamento ao longo do período de armazenamento variou bastante, o que pode ser explicado pela variabilidade da amostragem dos frutos. Os valores médios ao longo do período avaliado foram de  $16,24h \pm 4,23$  e  $16,45h \pm 2,28$ , respectivamente, indicando um mesmo comportamento. Devido ao comportamento variado da estabilidade oxidativa e do índice de acidez não foi feita análise de regressão nessas respostas.

A normatização europeia EN 14112 (European Committee for Standardization, 2003), referência na análise de estabilidade oxidativa de gorduras, óleos e metil ésteres de ácidos graxos, indica o mínimo de 6h de ensaio para atestar a estabilidade da amostra. Segundo os critérios estabelecidos pela EN 14112, durante todo o período analisado o óleo da polpa apresentou estabilidade oxidativa acima da considerada ideal.

### 5.2.7 Perfil graxo

Conforme apresentado na Tabela 44, o perfil de ácidos graxos do óleo da polpa de Macaúba apresentou predominância de ácidos graxos insaturados, com o ácido oleico correspondendo a 62,29% do total no óleo obtido logo após a coleta do cacho (1 dia). Dentre os saturados, o que apresentou em maior proporção foi o ácido palmítico, com 22,26%. Este resultado foi próximo ao encontrado por Nunes *et al.* (2015) que encontraram no óleo bruto 59,66% de ácido oleico e 22,04% de ácido palmítico. Goulart (2014) também relatou valores semelhantes, sendo 61,09% de ácido oleico e 19,66% para o ácido palmítico.

Apesar de haver algumas variações após 36 dias de coleta do cacho ainda houve predominância dos ácidos graxos insaturados, sendo que os ácidos graxos que apresentaram maiores percentuais continuaram sendo o oleico, palmítico e linoleico. As maiores variações foram do ácido oleico, cujo percentual diminuiu, do ácido elaídico (a forma *trans* do C18:1) e palmítico, que apresentaram um aumento. De forma geral, verificou-se que houve uma pequena redução do total de ácidos graxos insaturados e um aumento dos ácidos graxos saturados.

Por ser constituído principalmente por ácidos graxos insaturados, o óleo da polpa da macaúba é mais suscetível à oxidação, processo que ocorre nas duplas ligações e presença de oxigênio (OETTERER *et al.*, 2006), sendo que oxidação dos lipídios insaturados possivelmente foi a responsável pela alteração no perfil de ácidos graxos. De acordo com Moretto e Fett (1998), durante o armazenamento podem ocorrer alterações estruturais no conteúdo de óleo de sementes oleaginosas, sendo notado, por exemplo, a diminuição do índice de iodo (medida de instauração de óleos e gorduras) após o armazenamento prolongado de semente de soja. Ainda segundo este autor, a configuração *cis* pode ser convertida no isômero *trans* no processo de rancidez oxidativa, em reações de hidrogenação catalítica na presença de níquel e nos aquecimentos prolongados em temperaturas elevadas.

Tabela 44 - Perfil de ácidos graxos do óleo da polpa da Macaúba em diferentes tempos de armazenamento.

Ácido graxo	Percentuais (%)	
	1 Dia*	36 Dias*
C12:0 (láurico)	-	0,02 ± 0,01
C14:0 (mirístico)	0,02 ± 0,00	0,08 ± 0,00
C16:0 (palmítico)	22,26 ± 0,03	25,48 ± 0,02
C16:1 (palmitoleico)	3,76 ± 0,02	3,62 ± 0,02
C17:0 (margárico)	0,08 ± 0,00	0,07 ± 0,00
C17:1 (heptadecenóico)	0,11 ± 0,00	0,09 ± 0,00
C18:0 (esteárico)	1,86 ± 0,01	1,76 ± 0,01
C18:1n9t (elaídico)	0,25 ± 0,09	8,37 ± 0,10
C18:1n9c (oleico)	62,29 ± 0,03	52,34 ± 0,22
C18:2n6t	0,03 ± 0,04	0,51 ± 0,01
C18:2n6c (linoleico)	8,50 ± 0,03	6,76 ± 0,00
C18:3n3 (linolênico)	0,62 ± 0,01	0,49 ± 0,00
C18:3n6	0,06 ± 0,08	-
C20:0 (araquídico)	0,06 ± 0,08	0,09 ± 0,13
C20:2	0,03 ± 0,01	0,19 ± 0,01
C20:3n6	0,01 ± 0,02	0,02 ± 0,03
C22:0	0,01 ± 0,02	0,02 ± 0,04
C24:0 e C20:5n3	0,04 ± 0,00	0,07 ± 0,00
Saturados	24,30 ± 0,13	27,53 ± 0,13
Insaturados	75,70 ± 0,13	72,47 ± 0,13

\* Dias decorridos após a retirada do cacho inteiro.

### 5.3 Refino do óleo da polpa de Macaúba

Os resultados das etapas de degomagem e neutralização estão apresentados conjuntamente com os resultados dos diferentes estudos da etapa de clarificação.

#### 5.3.1 Determinação da melhor condição de clarificação utilizando o adsorvente comercial B80

A Tabela 45 mostra os valores das variáveis codificadas e reais, e também as respostas do DCCR: capacidade de branqueamento e índice de acidez. Para o cálculo da capacidade de branqueamento foi utilizado a quantidade total de carotenoides determinada no óleo

neutralizado, que foi igual a 35,43 mg/kg, e no óleo após cada ensaio de clarificação, conforme o Apêndice G.

Tabela 45 - Matriz do delineamento com variáveis codificadas, reais (em parêntesis) e variáveis dependentes: capacidade de branqueamento (%) e índice de acidez (mg KOH/g amostra).

Ensaio	X <sub>1</sub> (T °C)	X <sub>2</sub> (% Ads)	Capacidade de branqueamento (%)	Índice de Acidez (mg KOH/g amostra)
1	-1 (80)	-1 (2)	51,04 ± 0,15	0,25 ± 0,02
2	+ 1 (100)	-1 (2)	72,54 ± 0,06	0,27 ± 0,02
3	-1 (80)	+1 (10)	76,03 ± 0,65	0,24 ± 0,02
4	+ 1 (100)	+1 (10)	77,15 ± 0,33	0,24 ± 0,02
5	-1,41 (75,9)	0 (6)	82,18 ± 0,93	0,19 ± 3E-4
6	+1,41 (104,1)	0 (6)	82,79 ± 0,19	0,21 ± 0,02
7	0 (90)	-1,41 (0,36)	17,43 ± 0,84	0,24 ± 0,02
8	0 (90)	+1,41 (11,64)	71,07 ± 0,26	0,20 ± 0,02
9	0 (90)	0 (6)	83,88 ± 0,54	0,27 ± 0,02
10	0 (90)	0 (6)	84,04 ± 0,46	0,25 ± 0,02
11	0 (90)	0 (6)	84,31 ± 0,35	0,23 ± 2E-4

X<sub>1</sub> = temperatura (°C); X<sub>2</sub> = % em massa de adsorvente

Os resultados indicam que existe uma variação considerável na capacidade de branqueamento, de 17,43 a 84,31%, em função dos parâmetros de processo avaliado neste trabalho. Os melhores valores para a eficiência de branqueamento deste trabalho foram obtidos na região do ponto central, onde a temperatura foi igual a 90 °C. Em relação à resposta índice de acidez, os resultados indicam que o processo de branqueamento com o uso da terra clarificante B80, na proporção estudada, não produz o efeito negativo de elevação da acidez. O índice de acidez do óleo da polpa após a neutralização era de 0,29 mg KOH/g e os valores obtidos após o processo ficou na faixa entre 0,19 e 0,27 mg KOH/g, com o menor valor obtido no ensaio 5, em que foi utilizado a menor temperatura (75,9 °C) e quantidade intermediária de terra clarificante. Ressalta-se que os pontos centrais para ambas as respostas apresentaram uma variação pequena, indicando uma boa repetitividade do processo.

Como foi realizado um planejamento completo, incluindo os ensaios nas condições axiais, pôde-se construir um modelo de 2ª ordem para cada resposta (variável dependente), conforme Equação 9:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 \quad (9)$$

Onde Y são as variáveis dependentes (índice de acidez e capacidade de branqueamento,  $x_1$  e  $x_2$  são as variáveis independentes codificadas (temperatura e % de massa de adsorvente, respectivamente),  $\beta_0$  é a constante,  $\beta_1$  e  $\beta_2$  são os coeficientes lineares,  $\beta_{11}$  e  $\beta_{22}$  os coeficientes quadráticos e  $\beta_{12}$  coeficiente da interação entre as variáveis.

Os resultados do planejamento permitiram determinar os coeficientes de regressão para as duas respostas de interesse do processo, conforme apresentado nas Tabela 46 e Tabela 47, bem como determinar as análises de variância (ANOVA) e construir as superfícies de resposta.

Tabela 46 - Coeficientes de regressão encontrados pelo modelo codificado para a resposta índice de acidez (mg KOH/g amostra).

	Coef. de regressão	Erro padrão	t(5 )	p-valor
Média*	0,2500	0,0164	15,228	<0,0001
Temperatura (L)	0,0060	0,0101	0,600	0,5744
Temperatura (Q)	-0,0150	0,0120	-1,254	0,2654
% Ads (L)	-0,0121	0,0101	-1,201	0,2836
% Ads (Q)	-0,0050	0,0120	-0,418	0,6934
Temp. X % Ads	-0,0050	0,0142	-0,352	0,7394

\*Parâmetros significativos ( $p < 0,05$ ); L = coeficiente linear; Q = coeficiente quadrático.

Tabela 47 - Coeficientes de regressão encontrados pelo modelo codificado para a resposta capacidade de branqueamento (%).

	Coef. de regressão	Erro padrão	t(5 )	p-valor
Média*	84,0767	5,1287	16,393	<0,0001
Temperatura (L)	2,9353	3,1407	0,9346	0,3929
Temperatura (Q)	0,6598	3,7381	0,1765	0,8668
% Ads (L)*	13,1823	3,1407	4,1973	0,0085
% Ads (Q)*	-18,4577	3,7381	-4,9377	0,0043
Temp. X % Ads	-5,0950	4,4416	-1,1471	0,3032

\* Parâmetros significativos ( $p < 0,05$ ); L = coeficiente linear; Q = coeficiente quadrático.

A significância de cada coeficiente foi determinada pelo teste t-Student e p-valor, os quais também estão listados nas Tabela 46 e Tabela 47. Quanto maior a magnitude do t-valor e menor o p-valor, mais significativo é o coeficiente correspondente.

Analisando os resultados apresentados na Tabela 46, verifica-se que nenhum coeficiente linear, quadrático ou de interação entre as variáveis apresentou significância ( $p < 0,05$ ). Ou seja, não foi possível estabelecer um modelo e gerar superfície para a resposta índice de acidez em função destas variáveis. Como não houve grande variação nas respostas das repetições do ponto central (Tabela 45), a não significância dos coeficientes indica que a quantidade de terra clarificante e a temperatura, dentro da faixa estudada, não influenciaram nos valores do índice de acidez do óleo clarificado.

Em relação à capacidade de branqueamento (Tabela 47), a única variável significativa ao nível de 5% foi a quantidade de adsorvente (termo linear e quadrático). Nem a temperatura e nem a interação entre os fatores afetaram essa resposta. Sendo assim, o modelo proposto para a capacidade de branqueamento com as variáveis codificadas e levando em conta somente os coeficientes significativos está indicado na equação 10.

$$Y_1 = 84,70 + 13,18x_2 - 18,65x_2^2 \quad (10)$$

Sendo  $Y_1$  a capacidade de branqueamento;  $x_2 = \%$  de adsorvente.

Com base no modelo acima foi possível realizar a análise de variância (ANOVA) para a resposta capacidade de branqueamento como sugerido por Rodrigues e Iemma (2005) e apresentada na Tabela 48. Um resumo de como a ANOVA foi calculada pode ser visto no Apêndice H.

Tabela 48 - ANOVA para a capacidade de branqueamento considerando os coeficientes de regressão com  $p < 0,05$ .

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	Fcal	p-valor
Regressão	3540,767	2	1770,384	24,86	0,0004
Resíduos	569,774	8	71,22		
Total	4110,541	10			

$R^2(\%) = 86,14$  e  $F_{2;8;0,05} = 4,46$ .

A validade do modelo matemático proposto é verificada por dois indicativos: o Fcal, junto com p-valor, e o coeficiente de correlação ou determinação ( $R^2$ ). O coeficiente de correlação ( $R^2$ ) é uma medida da qualidade do ajuste da reta de regressão aos pontos das respostas obtidas. Então  $R^2$  fornece uma medida da proporção da variação explicada pela

equação de regressão em relação à variação total das respostas (Rodrigues e Iemma, 2005). Uma vez satisfeito os requisitos, pode-se construir a superfície e curvas de respostas.

Através da Tabela 48 pode ser verificada a validade do modelo matemático proposto a 95% de confiança: o coeficiente de correlação ( $R^2$ ) foi 86,14%, ou seja, o modelo explica 86,14% da variação total das respostas; o F calculado foi maior que o F tabelado e o p-value foi igual a 0,0004.

A Tabela 49 apresenta os valores de capacidade de branqueamento observados experimentalmente e preditos pelo modelo, além dos desvios relativos. A análise dos desvios relativos tem como objetivo avaliar o modelo determinado, pois mesmo a ANOVA sendo válida, em alguns casos pode-se ter grande variação em relação aos valores previstos.

Tabela 49 - Valores de capacidade de branqueamento observados experimentalmente, preditos pelo modelo proposto e os desvios relativos.

Ensaio	$Y_1$	$Y_1$ previsto	Desvio relativo
1	51,04	52,86	-3,57
2	72,54	52,86	27,12
3	76,03	79,23	-4,21
4	77,15	79,23	-2,69
5	82,18	84,70	-3,06
6	82,79	84,70	-2,30
7	17,43	29,03	-66,55
8	71,07	66,20	6,85
9	83,88	84,70	-0,97
10	84,04	84,70	-0,78
11	84,31	84,70	-0,46

Quanto menor os desvios relativos, mais as previsões estão em concordância com as observações. Pode-se verificar que além da ANOVA ter sido validada, têm-se a maioria dos ensaios com desvios relativos inferiores a 10%. Observa-se que os desvios foram mais baixos nos ensaios em que se obtiveram os maiores valores de capacidade de branqueamento. No entanto, no ensaio 7 o desvio relativo foi o mais elevado (66,55%). Valores elevados para o desvio relativo pode ser um indicativo de experimentos com problema de falta de ajuste. No entanto, para alguns sistemas esta falta de ajuste pode estar associada aos pontos de mínimo do processo, que são regiões de não interesse para o processo. Nesse ensaio foi utilizado a menor quantidade de adsorvente (0,36% da massa de óleo), o que pode ter provocado a saturação mais rápida do mesmo, resultando em um valor de capacidade de branqueamento

menor do que o predito pelo modelo. Além desse ensaio, o ensaio 2 apresentou o segundo maior desvio. No entanto esse ensaio foi repetido, e obteve-se uma resposta da mesma ordem de grandeza da anterior, o que indica que o desvio foi devido às condições do processo utilizadas no ensaio.

A superfície de resposta e a curva de contorno construída a partir do modelo proposto podem ser vistas na Figura 48. A análise destas figuras permite a definição das condições mais adequadas do processo de clarificação. Nas condições de processo avaliadas neste trabalho, valores de capacidade de branqueamento maiores que 80% podem ser observados em uma faixa de quantidade de adsorvente compreendida entre 6 e 10% para qualquer temperatura na faixa entre 75,9 a 104,1 °C.

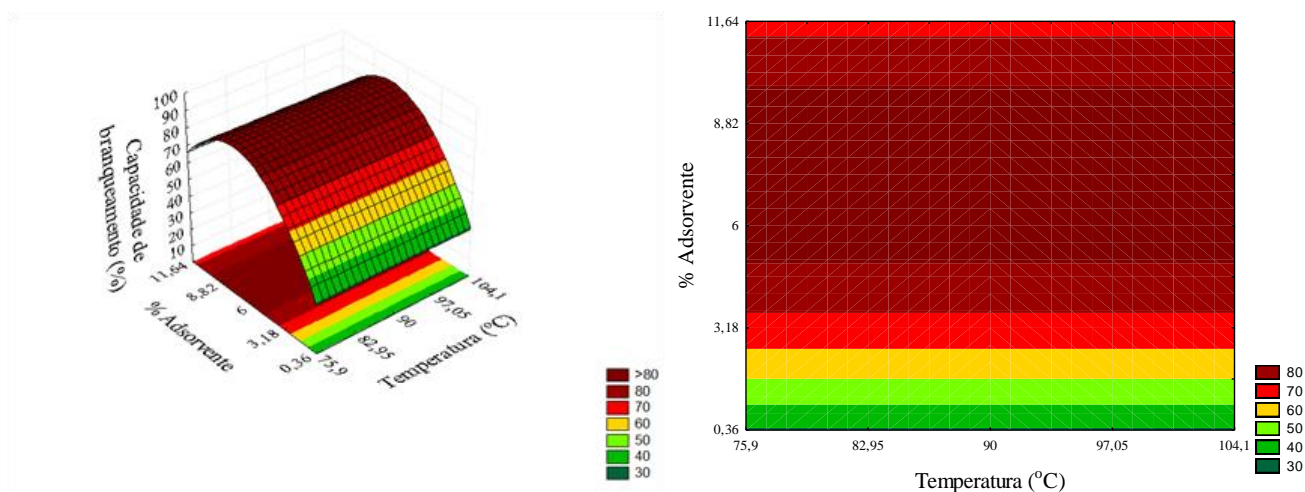


Figura 48 - Superfície de resposta e curva de contorno para a resposta capacidade de branqueamento de acordo com o modelo.

Neste trabalho a maior capacidade de branqueamento (84%) foi obtida utilizando concentração de adsorvente igual a 6%, sendo este valor menor que os 10% utilizado por Nunes *et al.* (2015). O uso de maiores concentrações de terra, além de representar um maior custo para o processo, também pode acarretar em uma maior perda de óleo uma vez que, segundo Souza (2002) as terras retêm óleo em quantidade de cerca de 20 a 35% de sua massa. Além disso, considerando o volume total de óleo vegetal processado, a quantidade de terra clarificante remanescente do processo de clarificação é depositada em aterros sanitários, causando sérios problemas ambientais.

A perda de óleo em todas as etapas de cada ensaio de clarificação pode ser vista na

Tabela 50. A perda foi quantificada pela razão entre a massa final do óleo clarificado pela massa inicial do óleo a ser clarificado, multiplicado por 100. Observa-se que quanto maior a quantidade de adsorvente utilizado, maior foi a perda de óleo.

Assim, os ensaios com as maiores quantidades de adsorventes foram os que apresentaram as maiores perdas, em torno de 20 e 22%. Para os ensaios com 6% de adsorvente a perda de óleo foi da ordem de 14%. Ressalta-se que essa perda não corresponde apenas ao óleo que ficou adsorvido na terra clarificante, mas também ao óleo perdido em toda a etapa de clarificação, ou seja, incluindo o que ficou retido nas vidrarias e recipientes utilizados.

Tabela 50 - Perda de óleo em cada ensaio de clarificação usando apenas terra comercial B80.

Ensaio	$X_1$ (T °C)	$X_2$ (% Ads)	Perda de óleo (%)
1	-1 (80)	-1 (2)	7,24
2	+1 (100)	-1 (2)	8,79
3	-1 (80)	+1 (10)	20,15
4	+1 (100)	+1 (10)	19,40
5	-1,41 (75,9)	0 (6)	13,76
6	+1,41 (104,1)	0 (6)	13,86
7	0 (90)	-1,41 (0,36)	6,07
8	0 (90)	+1,41 (11,64)	21,94
9	0 (90)	0 (6)	14,16
10	0 (90)	0 (6)	14,50
11	0 (90)	0 (6)	14,49

A Figura 49 mostra o óleo bruto e após cada etapa do refino, considerando apenas o ensaio que se obteve a melhor capacidade de branqueamento (ensaio 11), podendo-se constatar a efetividade do processo pela mudança na coloração.

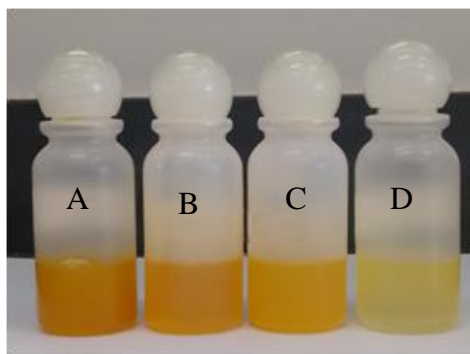


Figura 49 - Óleo da polpa da Macaúba durante o refino: (A) óleo bruto; (B) óleo degomado; (C) óleo neutralizado e (D) óleo após a clarificação com 6% de terra comercial e 90°C.

### 5.3.2 Efeito do uso do carvão ativado do endocarpo da Macaúba

A Tabela 51 apresenta os resultados do índice de acidez e da capacidade de branqueamento de cada ensaio medidos após a centrifugação e as etapas de filtração. A quantidade de carotenoides totais usadas para o cálculo da capacidade de branqueamento encontra-se no Apêndice G, considerando também a quantidade de carotenoides presentes no óleo neutralizado, que foi igual a 35,43 mg/kg. Destaca-se ainda que o índice de acidez do óleo neutralizado foi igual a 0,29 mg KOH/g.

Tabela 51 - Valores de índice de acidez e capacidade de branqueamento após o branqueamento do óleo da polpa da Macaúba usando mistura de carvão ativado e terra comercial (B80).

Ensaio	% CA	Tipo de carvão ativado	Índice de Acidez (mg KOH/g amostra)	Capacidade de branqueamento (%)
11*	0	-	0,23 ± 2E-04	84,31 ± 0,35
12	100	Pulverizado	0,26 ± 4E-04	5,88 ± 0,23
13	50	Pulverizado	0,19 ± 1E-03	88,32 ± 0,32
14	10	Pulverizado	0,25 ± 3E-02	94,12 ± 0,29
15	5	Pulverizado	0,19 ± 1E-03	94,76 ± 0,27
16	50	Granulado	0,23 ± 1E-03	90,16 ± 0,53
17	10	Granulado	0,20 ± 2E-02	93,96 ± 0,05
18	5	Granulado	0,26 ± 3E-04	92,98 ± 2E-04

% CA = quantidade de carvão ativado em relação à massa total de terra clarificante utilizada, sendo que a massa total de adsorvente corresponde a 6%.

\* Ensaio que obteve a melhor capacidade de branqueamento quando se utilizou apenas terra comercial B80.

Verifica-se que o ensaio em que foi utilizado apenas o carvão ativado pulverizado obteve uma menor capacidade de branqueamento, igual a 5,88%. Em todos os outros ensaios

a capacidade de branqueamento foi maior do que quando foi usado somente a terra comercial B80, resultando em valores variando de 88,32% a 94,76%.

Apesar dos ensaios contendo mistura carvão ativado e terra comercial terem removido uma maior quantidade de carotenoides, os óleos apresentaram uma coloração igual ou mais amarela do que o obtido utilizando apenas a terra comercial (ensaio 11), conforme pode ser visto pela Figura 50.

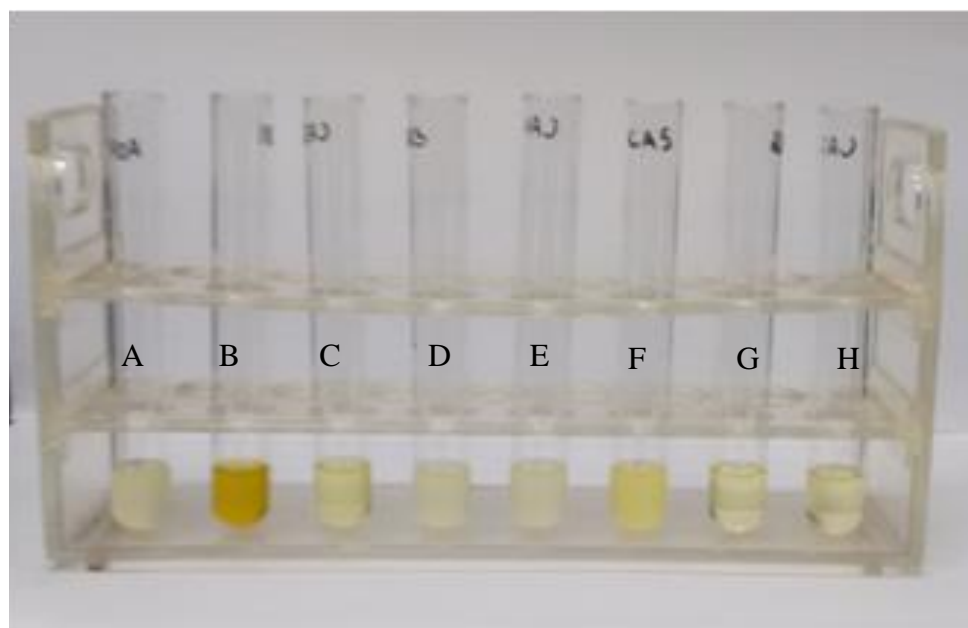


Figura 50 - Comparação da coloração do óleo clarificado apenas com terra comercial e utilizando uma mistura de terra comercial e carvão ativado, sendo que a massa total de adsorvente corresponde a 6%: (A) somente com terra comercial B80; (B) somente com carvão ativado pulverizado; (C) mistura de 50% terra comercial e 50% carvão ativado pulverizado; (D) mistura com 10% de carvão ativado pulverizado; (E) mistura contendo 5% de carvão ativado pulverizado e (F) mistura contendo 50% de carvão ativado granulado e 50% de terra comercial; (G) mistura com 10% de carvão ativado granulado; (H) mistura contendo 5% de carvão ativado granulado.

O efeito do carvão ativado como agente de branqueamento depende de quatro fatores que irão desempenhar um papel essencial: o tipo de matéria-prima (neste caso o endocarpo da Macaúba), o processo de ativação, as características de porosidade e propriedades químicas da superfície (OMAR *et al.*, 2003). Analisando a Tabela 51 e a Figura 50 verifica-se que o uso do carvão ativado puro não foi eficiente para a remoção dos carotenoides, uma vez que a capacidade de branqueamento foi muito baixa. No entanto, a interação do carvão ativado com

a terra comercial promoveu uma maior capacidade de branqueamento. Segundo Omar *et al.* (2003), o carvão ativado é altamente seletivo aos fosfolipídios, deixando os sítios de adsorção nas terras livre para adsorção de pigmentos.

Observa-se ainda, que o uso da terra comercial é indispensável para a remoção da cor amarela, e que o uso de apenas 5% de carvão ativado na mistura terra + carvão é o suficiente para atingir coloração obtida considerando o uso de terra comercial integral. Ainda, o uso do carvão ativado propiciou uma remoção maior de carotenoides, relacionada com a maior capacidade de branqueamento.

Verifica-se na Figura 51 que os óleos clarificados com a mistura terra comercial e carvão ativado granulado apresentaram coloração levemente mais amarelada, se comparada com as mesmas proporções do carvão ativado pulverizado. Porém, quando se compara o ensaio 13 e 16, em que 50% da mistura de adsorvente era constituída de carvão ativado, o uso do carvão granulado resultou em uma pequena melhora na capacidade de branqueamento, mesmo sendo a área superficial do carvão granulado ligeiramente menor ( $399 \text{ m}^2/\text{g}$ ) que a do carvão ativado pulverizado ( $419 \text{ m}^2/\text{g}$ ).

A capacidade de branqueamento quando se utilizou 10% e 5% de carvão ativado foram semelhantes para as formas pulverizadas e granuladas. Em função da maior facilidade da etapa de filtração quando do uso do carvão ativado granulado, este seria o recomendável para uma situação de aplicação industrial. A resistência mecânica do carvão ativado granulado da macaúba utilizado neste trabalho foi avaliada por Rios (2015), tendo sido comparada com a resistência de um carvão comercial de similar granulometria, e os resultados indicaram uma geração de finos 3,2 vezes menor para o carvão ativado da macaúba. Esta característica do carvão granular reforça o seu uso em processos de clarificação, por facilitar e até mesmo permitir eliminação da etapa de filtração.

Não se pode estabelecer nenhuma relação entre a quantidade de carvão ativado e o valor de índice de acidez encontrado (Tabela 51), da mesma forma que a quantidade de terra comercial utilizada no planejamento experimental não influenciou nesta resposta. Apesar disso, após todos os ensaios de clarificação utilizando carvão ativado do endocarpo da Macaúba, os óleos apresentaram índice de acidez menor do que óleo neutralizado ( $0,29 \text{ mg KOH/g}$ ), variando de  $0,19$  a  $0,26 \text{ mg KOH/g}$ , o que corresponde respectivamente à  $0,095$  a  $0,13\%$  em ácido oleico.

As perdas de óleo durante a clarificação utilizando como adsorvente a mistura de terra comercial e carvão ativado encontram-se na Tabela 52. O uso de carvão ativado provocou um aumento da perda de óleo durante a etapa da clarificação, sendo que em todos os ensaios em

que foi utilizado carvão ativado a perda de óleo foi maior que a perda obtida ao se utilizar 6% de terra comercial. Ressalta-se que em todos os casos, a quantidade total de adsorvente foi igual a 6%, variando-se a quantidade e o tipo de carvão ativado. Segundo Garofalo (2011) o carvão ativado pode reter de 1,0-1,5 g de óleo/g de adsorvente utilizado, enquanto argila ativada e a argila natural retém entre 30-50% e 20-30% de óleo em massa, respectivamente. Outro fator que pode ter provocado o aumento da perda de óleo ao se utilizar o carvão ativado foi a necessidade da etapa de filtração, e neste caso, o uso de filtros de buchner de diferentes tamanhos em cada ensaio pode ter levado a essa variação na perda.

Tabela 52 - Perda de óleo em cada ensaio de clarificação usando mistura de terra comercial B80 e dois tipos de carvão ativado do endocarpo da Macaúba.

Ensaio	% CA	Tipo de carvão ativado	Perda de óleo (%)
12	100	Pulverizado	22,99
13	50	Pulverizado	19,93
14	10	Pulverizado	21,14
15	5	Pulverizado	23,69
16	50	Granulado	18,54
17	10	Granulado	24,38
18	5	Granulado	20,19
11*	0	-	14,49

% CA = quantidade de carvão ativado em relação à massa total de terra clarificante utilizada, sendo que a massa total de adsorvente corresponde a 6%.

\* Ensaio que obteve a melhor capacidade de branqueamento quando se utilizou apenas terra comercial B80.

Como a perda quantificada, conforme descrito, correspondeu não só ao óleo retido no adsorvente, mas também ao óleo retido nas demais vidrarias e recipientes utilizados durante o processo de clarificação, foram feitos dois testes adicionais na tentativa de quantificar apenas a perda relativa ao óleo retido nos adsorventes terra e carvão ativado. No primeiro ensaio, utilizando apenas a terra comercial na proporção de 6%, o percentual de óleo retido foi igual a 9,68%. No segundo ensaio, utilizando terra comercial e 10% de carvão ativado granulado, totalizando 6% de adsorvente, 9,42% de óleo ficou retido na mistura de adsorvente. A eficiência desses ensaios foi verificada pela medida da capacidade de branqueamento, tendo sido igual a  $83,80\% \pm 0,70$  e  $92,61\% \pm 0,12$ , respectivamente. Conforme resultados apresentados na Tabela 52, esses percentuais de eficiência foram semelhantes aos anteriormente obtidos, corroborando igualdade de condições e repetitividade de eficiência.

### 5.3.3 Propriedades físico-químicas do óleo durante as etapas do refino

As características do óleo bruto e após a degomagem, neutralização e as melhores condições de clarificação estão indicadas na Tabela 53.

Tabela 53 - Caracterização do óleo durante as etapas de refino.

	Índice de acidez (mg KOH/g)	% ácidos graxos livres (ácido oleico)	Fósforo (mg/kg)	Carotenoides Totais (µg/g)
Óleo bruto	4,11 ± 4E-02	2,06 ± 2E-02	82,55 ± 1,91	111,28 ± 0,21
Óleo degomado	3,55 ± 8E-02	1,78 ± 4E-02	53,20 ± 1,98	39,36 ± 0,19
Óleo neutralizado	0,29 ± 2E-02	0,14 ± 1E-02	23,35 ± 0,21	35,43 ± 0,16
Óleo clarificado (terra comercial) <sup>1</sup>	0,23 ± 2E-02	0,11 ± 1E-04	14,85 ± 0,50	5,56 ± 0,12
Óleo clarificado (terra comercial +carvão ativado) <sup>2</sup>	0,19 ± 1E-03	0,095 ± 1E-03	11,59 ± 0,06	1,86 ± 0,10
Óleo clarificado (terra comercial +carvão ativado) <sup>3</sup>	0,20 ± 3E-02	0,09 ± 1E-04	ND	2,14 ± 0,02

<sup>1</sup> ensaio utilizando 6% de terra comercial pura.

<sup>2</sup> ensaio utilizando 6% de adsorvente , sendo 5% da mistura constituída de carvão ativado pulverizado e o restante terra comercial.

<sup>3</sup> ensaio utilizando 6% de adsorvente , sendo 10% da mistura constituída de carvão ativado granulado e o restante terra comercial.

ND = não determinado

O índice de acidez do óleo bruto foi igual a 4,11 mg KOH/g, correspondendo a 2,06% de ácidos oleicos. Os valores encontrados na literatura para acidez do óleo bruto da polpa da Macaúba variam bastante, principalmente devido ao estado de maturação e do tempo de armazenamento do fruto antes da extração do óleo. O valor obtido neste trabalho foi superior ao encontrado por Nunes *et al.* (2015), que foi igual a 1,1%, e semelhante ao encontrado por Ferrari e Azevedo Filho (2012), que obtiveram acidez igual a 2,10%. Em contrapartida, em diferentes amostras de óleo de polpa extraída de frutos armazenados ao abrigo da luz solar por 3-6 meses sem passar por nenhum tratamento pós-colheita, Navarro-Díaz *et al.* (2014) encontraram valores elevados, variando de 37,4 a 65,4% de ácidos graxo livres. De acordo

com o Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme (resolução RDC nº270, de 22 de setembro de 2005) o valor máximo de índice de acidez permitido para óleos prensados a frio e não refinados é 4,0 mg de KOH/g (ANVISA, 2005). Sendo assim, o óleo deste trabalho ultrapassou este limite, indicando a necessidade de se efetuar o processo de refino para uso alimentício.

Destaca-se ainda que o objetivo da resolução RDC nº270 é fixar a identidade e as características mínimas de qualidade, isto é, as especificações a serem obedecidas por óleos vegetais. Essas especificações são estabelecidas para diferentes tipos de óleo, classificados da seguinte forma: óleos e gorduras refinados, óleos prensados a frio e não refinados, óleo de palma virgem, azeite de oliva extra virgem, azeite de oliva virgem, azeite de oliva e azeite de oliva refinado. Além da Anvisa, o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA, 2006) também estabelece padrões de identidade e qualidade para óleos refinados de diferentes culturas como algodão, canola, milho, soja e girassol. Porém, deve-se destacar que para o óleo da Macaúba ainda não foram estabelecidos padrões de identidade e qualidade pelos órgãos regulamentadores.

Durante o processo de refino observou-se uma redução significativa no índice de acidez do óleo, principalmente na etapa de neutralização, em que o índice de acidez passou de 3,55 mg KOH/g para 0,29 mg KOH/g. O processo de neutralização promove a remoção dos ácidos graxos livres pela adição de álcali (solução de hidróxido de sódio), que em contato com os ácidos graxos livres formam sais de sódio (sabão), removidos pela centrifugação. Observou-se ainda uma redução do índice de acidez com a etapa de clarificação. O índice de acidez máximo permitida pela ANVISA (2005) para óleos e gorduras refinadas (exceto azeite de oliva) é 0,6 mg KOH/g, portanto o óleo refinado obtido neste trabalho se enquadra nos padrões exigidos pela legislação brasileira.

Durante o processo de neutralização houve uma perda média de 9,6%. A perda resultante na neutralização é devida ao arraste do óleo neutro pela “borra” e a saponificação do óleo neutro pelo excesso do hidróxido de sódio empregado (MORETTO e FETT, 1998). Não foram encontrados na literatura informações sobre perdas na etapa de neutralização para comparação dos resultados.

Todos os óleos e gorduras sem refino contêm fosfolipídios como componentes minoritários (OETTERER *et al.*, 2006). O conteúdo de fosfolipídios é crucial para determinar a estabilidade de óleos durante o armazenamento. Esses constituintes devem ser removidos porque, além de serem propensos a hidrólise, podem precipitar durante o armazenamento (VAISALI *et al.*, 2015). O conteúdo de fosfolipídios pode ser indiretamente medido pela

quantificação do teor de fósforo, expressos em ppm ou mg/kg (unidades equivalentes). O conteúdo de fósforo quando multiplicado por determinado fator fornece o conteúdo de fosfolipídios no óleo, sendo que os valores para converter fosfolipídios em fósforo dependem da composição dos fosfolipídios no óleo (MORETTO e FETT, 1998). Ainda segundo esse autor, esse fator é da ordem de 25, principalmente para o óleo de soja. Segundo a AOCS (2009) esse fator é de 30 para o óleo de soja.

O teor de fósforo presente no óleo bruto deste trabalho foi igual a 82,55 mg/kg, sendo este valor superior aos encontrados por Ferrari e Azevedo Filho (2012) e Pimenta (2010), que obtiveram valores de 14,6 mg/kg e 27,9 ppm, respectivamente.

Na etapa de degomagem houve uma redução de 35,55% do teor de fósforo. Segundo Gunstone (2005), normalmente 80 a 95% dos fosfolipídios são removidos com a degomagem aquosa. Na degomagem aquosa do óleo de soja, por exemplo, o teor de fosfolipídios que no óleo bruto varia de 2 a 3% é reduzido para 0,30 a 0,80% (MORETTO e FETT, 1998).

Durante o processo de degomagem houve uma perda média 4,15%, que conforme citado anteriormente, corresponde às impurezas como fosfolipídios, proteínas, substâncias mucilaginosas (O'BRIEN, 2009; VIEIRA *et al.*, 2009), além do óleo que pode ter ficado retido nessas impurezas. Também não foram encontrados na literatura dados sobre a perda nesta etapa do refino.

Os fosfolipídios removidos durante a degomagem são importantes emulsificantes alimentícios, farmacêuticos e cosméticos. A mistura de fosfolipídios obtida, por exemplo, da soja e outros grãos como milho e canola são comumente chamados de lecitina comercial (OETTERER *et al.*, 2006). Portanto, novos estudos podem ser realizados visando verificar a viabilidade de recuperação e purificação dos fosfolipídios obtidos no processo de degomagem do óleo da polpa da Macaúba, e sua posterior utilização como emulsificantes em diferentes alimentos.

Como não há uma quantificação ou padrão conhecido sobre a composição de fosfolipídios para o óleo da polpa da Macaúba, optou-se neste trabalho por fazer a degomagem aquosa, que é um método mais simples, mas elimina apenas os fosfolipídios hidratáveis. Os resultados deste trabalho indicaram que a degomagem aquosa não foi eficiente na remoção dos fosfolipídios, assim novos estudos devem ser feitos avaliando-se parâmetros como quantidade de água adicionada e temperatura do processo, além de verificar a necessidade de se realizar a degomagem ácida para a remoção dos fosfolipídios hidrofóbicos. A degomagem ácida tem como vantagem a redução de fosfolipídios hidratáveis e não hidratáveis, porém os custos com este processo são mais elevados (MORAIS *et al.*, 2012).

Observou-se que com a etapa de neutralização houve uma remoção do teor de fósforo da ordem de 56%, indicando que parte dos fosfolipídios foi removida durante a neutralização dos ácidos graxos livres. De acordo com *Morais et al.* (2012) em termos dos parâmetros custo-benefício, para a produção de biodiesel, é aconselhável tratar a matéria-prima oleaginosa pela técnica de degomagem aquosa, desde que seja utilizada a neutralização dos ácidos graxos livres e consequentemente a eliminação dos fosfolipídios hidrofóbicos na borra. *Cardello et al.* (1995) observaram redução do teor de fósforo semelhante a deste trabalho na etapa de neutralização, de cerca de 50%, durante o refino do óleo de semente de algodão.

O teor de fósforo após a clarificação utilizando uma mistura de terra comercial e carvão ativado (11,59 mg/kg) foi menor do que quando foi usado apenas a terra comercial (14,85 mg/kg), o que indica uma maior afinidade do carvão ativado com os fosfolipídios. Esta característica benéfica do carvão ativado foi anteriormente descrita neste trabalho. O conteúdo de fósforo obtido por *Silva et al.* (2014), que no óleo bruto de palma era 19,1 mg/kg, após o branqueamento do óleo variou entre 0,4 e 0,8 mg/kg, enquanto que *Cardello et al.* (1995) obtiveram um teor de fósforo igual a 75,5 ppm na clarificação convencional de óleo de sementes de algodão.

Conforme *Nunes et al.* (2015), considerando o fator de conversão de fósforo para fosfolipídios igual 25, o teor de fosfolipídios deste trabalho após o branqueamento foi igual a 371 mg/kg, quando se utilizou somente a terra comercial, e de 290 mg/kg com a mistura terra e carvão ativado. Estes valores estão acima do citado por *Vaisali et al.* (2015), que afirmam que óleos refinados devem apresentar teor de fosfolipídio menor que 10 ppm. O único trabalho com resultado do teor de fosfolipídios em óleo refinado de Macaúba encontrado na literatura foi o de *Nunes et al.* (2015), que apresentaram um valor residual de fosfolipídios igual a 0,16% ou 1600 mg/kg.

O Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme (ANVISA, 2005) não estabelece nenhum limite para a presença de fósforo no óleo bruto e refinado.

Com o objetivo de produção de biocombustível, a utilização de óleos vegetais brutos, sem degomagem, pode resultar em inconvenientes durante ou após a reação de transesterificação, uma vez que o uso de óleos brutos sem degomagem podem inibir o catalisador durante a transesterificação, e, portanto resultar em uma menor taxa de conversão e, consequentemente, menor rendimento (*LIU et al.*, 2012; *ARAÚJO et al.*, 2014). A resolução ANP nº45 de 25/08/2014, que dispõe sobre a especificação do biodiesel, prevê um limite de 10 mg/kg de fósforo no biodiesel, sendo assim, torna-se importante o uso de óleos vegetais com baixo teor de fósforo.

O teor de carotenoides no óleo bruto deste trabalho (111,28 mg/kg) foi menor que o encontrado por Nunes *et al.* (2015) e Jorge e Coimbra (2011b), que obtiveram valores de 378,0 µg/g e 300,01 µg/g, respectivamente. No entanto, Pereira *et al.* (2009) encontraram valores de 117, 120, 173 e 283 ppm para óleos extraídos de diferentes genótipos de macaúbas do estado de Minas Gerais. A menor quantidade de carotenoides encontrada neste trabalho pode estar relacionada ao tratamento térmico de secagem (60 °C por 48 h) realizado para a extração do óleo, uma vez que os carotenoides são substâncias sensíveis à temperatura e à luz, além de serem facilmente oxidados na presença de oxigênio. Outro fator que pode provocar essa diferença na quantificação de carotenoides totais é a variabilidade regional. Segundo Ciconini (2012), os carotenoides totais determinados em óleo de polpa de frutos de Macaúba provenientes dos biomas Cerrado e Pantanal apresentaram alta variabilidade intra e inter-regional com valores médios entre 312,34 µg/g a 425, 50 µg/g.

De acordo com Cardello *et al.* (1995) e Oetterer *et al.* (2006), o processo de degomagem remove certa quantidade de pigmentos do óleo e a neutralização com álcalis também exibe um efeito branqueador devido à coagulação e ação química. Verificou-se neste trabalho que o processo de degomagem promoveu uma redução de cerca de 64,3% no total de carotenoides, que pode ter sido causada tanto pela temperatura utilizada no processo (60 °C) como pela presença de oxigênio, uma vez que a degomagem não foi realizada sob vácuo. A principal causa de perdas ou destruição de carotenoides durante o processamento ou a estocagem é a oxidação, seja enzimática ou não. A isomerização dos *trans*-carotenoides para isômeros *cis*, principalmente durante tratamento térmico, altera a sua atividade biológica e a cor, mas não na mesma extensão que a oxidação (RODRIGUEZ-AMAYA e KIMURA, 2004).

A etapa de neutralização também promoveu uma pequena redução no teor de carotenoides, resultando no valor de 35,43 mg/kg. De acordo com a Tabela 53, o uso da mistura de adsorvente comercial e carvão pulverizado nas suas duas formas promoveu uma maior remoção de carotenoides.

Analisando o processo global do refino, envolvendo as três etapas (degomagem, neutralização e branqueamento) obteve-se uma redução de carotenoides igual a 95% e 98,33%, dependendo do tipo de adsorvente utilizado, sendo este valor semelhante ao encontrado por Nunes *et al.* (2015), que obteve uma redução de 97,62% no conteúdo de carotenos com o refino completo do óleo da polpa da Macaúba, porém utilizando condições de processo diferentes.

Sabe-se que os carotenoides são compostos com poder antioxidante, o que ajuda a manter a estabilidade oxidativa do óleo durante o armazenamento. Entretanto, no óleo refinado esses pigmentos são removidos para tornar o produto final atraente para o consumidor (NUNES et al, 2015; AISHAT *et al.*, 2015). Conforme citado anteriormente, além dos pigmentos, o processo de clarificação remove impurezas como fosfolipídios, traços de metais, sabão e outros compostos de oxidação. Diante do exposto, novos estudos na etapa de clarificação podem ser realizados, visando à remoção da maior quantidade das impurezas, como os fosfolipídios, e a remoção de apenas parte dos pigmentos, atendendo assim às exigências do consumidor por óleos com baixa pigmentação, porém mantendo certa quantidade de carotenoides que podem auxiliar na prevenção da oxidação durante o armazenamento. Outra possibilidade são estudos visando à recuperação dos compostos retidos nos adsorventes, como carotenoides e tocoferóis, para posterior utilização.

O perfil de ácido graxo no óleo bruto e nos óleos após a melhor condição da clarificação usando a terra comercial e usando a mistura de terra e carvão pulverizado (5%) podem ser vistos na Tabela 54.

O óleo da polpa da Macaúba é constituído principalmente por ácido oleico (61,98%) e palmítico (18,84%). Na literatura a composição média do óleo bruto apresenta uma relativa variabilidade, com o percentual de ácido oleico variando entre 52,57%-67,67% e o ácido palmítico variando entre 16,51%-25% (NUNES *et al.*, 2015, IHA *et al.*, 2014; COIMBRA e JORGE, 2011b; PIMENTA, 2010). O teor de ácidos graxos monoinsaturados do óleo de polpa da Macaúba deste trabalho (65%) é semelhante aos de outros óleos comestíveis ricos nestes ácidos graxos. Ferrari e Azevedo-Filho (2012) relataram os seguintes percentuais de ácidos graxos monoinsaturados em óleos vegetais: 56% a 87% para azeite; e 54% a 75% para canola.

Alto teor de ácidos graxos monoinsaturados é desejável pelas indústrias de alimentos e biocombustíveis devido à sua qualidade nutricional e estabilidade oxidativa (NUNES *et al.*, 2015). Numerosos estudos têm sido realizados para investigar os benefícios de óleos com elevados teores de ácido oleico (ácido graxo moninsaturado), particularmente contra doenças cardíacas coronarianas, uma vez que altas concentrações deste ácido reduzem lipoproteínas de baixa densidade (LDL), conhecido como “mau colesterol” e elevam os níveis de lipoproteínas de alta densidade (HDL), conhecido como “bom colesterol” (LIN e HUE, 2009).

Tabela 54 - Perfil de ácidos graxos do óleo bruto da polpa da Macaúba e após a clarificação com diferentes adsorventes.

Ácido graxo	Percentuais (%)		
	Óleo bruto	Óleo clarificado <sup>1</sup> (terra comercial)	Óleo clarificado <sup>2</sup> (terra comercial + carvão ativado)
C12:00 (láurico)	0,04 ± 0,003	0,04 ± 0,0004	0,04 ± 0,0005
C14:0 (mirístico)	0,06 ± 0,001	0,05 ± 0,001	0,05 ± 0,004
C16:0 (palmítico)	18,84 ± 0,03	18,96 ± 0,01	19,19 ± 0,04
C16:1 palmitoleico	2,68 ± 0,01	2,67 ± 0,03	2,59 ± 0,02
C17:0 (margárico)	0,07 ± 0,002	0,07 ± 0,002	0,07 ± 0,01
C17:1 (heptadecenóico)	0,08 ± 0,00002	0,08 ± 0,0002	0,08 ± 0,001
C18:0 (esteárico)	2,75 ± 0,04	2,80 ± 0,02	2,85 ± 0,08
C18:1n9t (elaídico)	0,26 ± 0,01	0,20 ± 0,04	1,00 ± 0,18
C18:1n9c (oleico)	61,98 ± 0,02	62,18 ± 0,02	61,71 ± 0,01
C18:2n6t	0,01 ± 0,01	-	0,08 ± 0,003
C18:2n6c (linoleico)	12,09 ± 0,06	11,87 ± 0,02	11,30 ± 0,1
C18:3n3 (linolênico)	0,90 ± 0,04	0,82 ± 0,03	0,72 ± 0,02
C20:0 (araquídico)	0,16 ± 0,002	0,17 ± 0,001	0,17 ± 0,001
C20:2	-	-	0,05 ± 0,004
C22:0	0,04 ± 0,001	0,04 ± 0,0004	0,04 ± 0,0001
C24:0 e C20:5n3	0,04 ± 0,001	0,04 ± 0,0001	0,04 ± 0,001
Saturados	21,96	22,14	22,43
Insaturados	78,04	77,86	77,57

<sup>1</sup>ensaio utilizando 6% de terra comercial pura; <sup>2</sup> mistura contendo 5% de carvão ativado pulverizado.

Após o refino não se verificou mudanças consideráveis no perfil graxo do óleo da polpa da Macaúba.

## 6. CONCLUSÃO

A caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba após diferentes tratamentos pós-colheita e armazenamento durante trinta dias indicou que, apesar de haver uma perda de massa relacionada principalmente com a perda de água, não há variações significativas nos diâmetros longitudinal e transversal dos frutos, ou seja, no tamanho do fruto, o que facilita o desenvolvimento de equipamentos visando à separação e seleção dos frutos, e até de despulpadoras.

Os resultados obtidos nas análises de três safras consecutivas indicaram que se o objetivo for a preservação dos frutos da Macaúba, de forma com que a polpa se mantenha com o menor valor de acidez, o tratamento mais recomendável é a lavagem com água seguida por rápida imersão em solução clorada 2% e posterior secagem em estufa a 60 °C por 24 h. No entanto, este tratamento não foi suficiente para garantir que o óleo produzido a partir da polpa ficasse com índice de acidez da ordem de 4,0 mg KOH/g, índice estabelecido pela ANVISA para óleos vegetais prensados a frio e não refinados. Além disso, os frutos que passaram por esse tratamento apresentaram um menor acúmulo de óleo.

Em relação aos estudos pós-colheita realizados em diferentes locais e diferentes épocas, pôde-se concluir que, apesar dos frutos possuírem algumas características iniciais diferentes, foi observado o mesmo comportamento de perda de umidade, aumento da acidez da polpa e do teor de óleo. No geral, os frutos de Taquaraçú de Minas apresentaram menor massa e teor de óleo, o que pode estar relacionado com o grau de maturação no momento da retirada do cacho e também com as características genéticas e do ambiente.

O tratamento de secagem por 24 horas a 60 °C não foi suficiente para reduzir a atividade de água até níveis em que toda a atividade microbiana é inibida, ou seja,  $a_w$  com valor abaixo de 0,6.

Os resultados deste trabalho indicam que após a colheita, independentemente do tratamento utilizado, tanto na casca e na polpa foi observado grande presença de bactérias e leveduras. Após o armazenamento, as leveduras e bactérias predominaram na casca, enquanto a polpa apresentou maior contaminação por fungos.

É importante destacar que a polpa da Macaúba é a matéria-prima mais importante para a aplicação de processos industriais. Os tratamentos aplicados neste trabalho não foram eficazes para a não proliferação de microrganismos nos frutos de Macaúba no período de armazenamento de 30 dias, especialmente considerando-se o crescimento dos fungos na polpa.

Embora tenha ocorrido um aumento considerável do teor de óleo dos frutos com o tempo de armazenamento, houve uma perda de qualidade da polpa da Macaúba e de seu óleo medida pelo aumento da acidez. Por conseguinte, a aplicação industrial posterior dos coprodutos extraídos do fruto deve ser o parâmetro que vai indicar a necessidade de processar o fruto logo após a colheita, a fim de assegurar alto nível de qualidade, ou para armazenar o fruto para cerca de 30 dias, de modo a obter uma maior quantidade de óleo.

Com relação à coleta do cacho de frutos, os resultados indicaram que apesar de ter havido algumas diferenças entre as características da polpa e do óleo obtidos a partir de frutos armazenados mantidos presos no cacho e fora do cacho o comportamento da perda de umidade, aumento da acidez titulável da polpa, aumento do teor de óleo e aumento do índice de acidez do óleo foram semelhantes. Ainda, esses frutos armazenados por até 20 vinte dias apresentaram um incremento considerável no teor de óleo e uma a acidez no óleo que ainda pode ser aceitável.

O processo de refino do óleo da polpa da Macaúba foi eficiente na remoção dos ácidos graxos livres, apresentando valores abaixo de 0,29 mg KOH/g, sendo esse valor abaixo do limite exigido pela legislação brasileira para óleos refinados, e também adequado para a produção de biodiesel. Este resultado é bastante promissor, levando-se em consideração que a Macaúba ainda é obtida de forma extrativista, gerando muitas vezes óleos com elevados índices de acidez.

Quanto ao processo de remoção dos fosfolipídios, apesar da etapa de degomagem aquosa não ter sido eficiente na remoção dos fosfolipídios, as etapas seguintes do processo de refino proporcionaram uma redução significativa dos mesmos.

Em relação à etapa de clarificação, verificou-se que nenhum dos adsorventes utilizados influenciou no índice de acidez do óleo. Ao se utilizar apenas a terra comercial B80, a melhor condição de processo ocorreu quando se utilizou 6% de adsorvente e 90 °C. O uso de uma mistura contendo a terra comercial B80 e o carvão ativado do endocarpo da Macaúba mostrou-se promissor, tanto pela maior capacidade de branqueamento como pela maior redução de fosfolipídios. Assim, como mais um fator agregador para a viabilização da cadeia produtiva da Macaúba, sugere-se a incorporação do uso do carvão ativado em conjunto com a terra comercial na mistura adsorvente do processo de clarificação do óleo da polpa da Macaúba.

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

AISHAT, A. B.; OLALEKAN, S. T.; ARINKOOLA, A. O.; OMOLOLA, J. M. (2015). Effect of activation on clays and carbonaceous materials in vegetable oil bleaching: state of art review. **British Journal of Applied Science & Technology**, v. 5, n. 2, p. 130-141, 2015.

ALVES, L. de S. Estudo do processo de clarificação do óleo de milho nos modos batelada e contínuo. 2013. 98p. Dissertação (mestrado em Ciências) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, Seropédica, 2013.

AMARAL, F. P.; BROETTO, F.; BATISTELLA, C. B.; JORGE, S. M. A. Extração e caracterização qualitativa do óleo da polpa e amêndoas de frutos de Macaúba [*Acrocomia aculeata* (Jacq) Lodd. ex Mart] coletada na região de Botucatu, SP. **Revista Energia na Agricultura**, v. 26, n. 1, p. 12-20, 2011.

ANP, 2004. Agência Nacional de Petróleo. Resolução ANP n° 42, 24 de novembro de 2004. Disponível em: < <http://nxt.anp.gov.br/>> Acessado em julho de 2015.

ANTONIOLLI, L. R.; BENEDETTI, B. C.; SOUZA FILHO, M. de S. M. de; BORGES, M. de F. Efeito do Hipoclorito de sódio sobre a microbiota de abacaxi ‘pérola’ minimamente processado. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 27, n. 1, p. 157-160, 2005.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. 2005. Resolução n°270, de 22 de setembro, 2005. Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e cremes vegetais. Disponível em: <http://www/anvisa.gov.br> Acessado em 20 Jun., 2015.

AOCS – AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY. Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists Society. Champaign, 2009.

AQUINO, F. de G.; SILVA, M. R. da; RATTER, J. A.; RIBEIRO, J. F.; VILELA, M. de F.; OLIVEIRA, M. C. Distribuição geográfica das espécies *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. Ex Mart. e *Caryocar brasiliense cambess.* no bioma cerrado. In: SIMPÓSIO NACIONAL CERRADOS, IX, 2008, Brasília. Disponível em: < [ww.macroprograma1.cnptia.embrapa.br](http://ww.macroprograma1.cnptia.embrapa.br)> Acesso em: 15 maio. 2012.

AQUINO, L. P., FERRUA, F. Q.; BORGES, S. V.; ANTONIASSI, R.; CORREA, J. L. G.; CIRILLO, M. A. Influência da secagem do pequi (*Caryocar brasiliense Camb.*) na qualidade do óleo extraído. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, v.29, n.2, p.354-357, abr.-jun., 2009.

ARANTES, A. C.C.; NETO, P. C.; BIANCHI, M. L.; FRAGA, A. C. Análise biométrica dos frutos e caracterização físico-química do óleo de Macaúba. In: CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BIODIESEL, 4; CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BIODIESEL, 7., 2010, Belo Horizonte.

ARAÚJO, F. D. da S.; ARAÚJO, I. C.; COSTA, I. C. G.; MOURA, C. V. R. de; CHAVES, M. H.; ARAÚJO, E. C. E. Study of degumming process and evaluation of oxidative stability of methyl and ethyl biodiesel of *Jatropha curcas* L. oil from three different Brazilian states. **Renewable Energy**, v. 71, p. 495-501, 2014.

ARAÚJO, J. M. A. **Química de Alimentos: teoria e prática**. Viçosa: UFV, 5. ed. atual. e ampl., 2011a. 601p.

ARAÚJO, M. M. Conhecendo a cadeia produtiva da Macaúba: Projeto piloto do Alto Parnaíba- MG. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 31, nov./dez. 2011b.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Pennsylvania, 2004.

AZEVEDO, J. L. Microrganismos endofíticos. In: **Ecologia Microbiana**. Jaguariúna: Embrapa-CNPMA, 1998.

BANDEIRA, A. L. Incentivo à pesquisa da Macaúba abre novas perspectivas. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 3, nov./dez. 2011.

BARBOSA, M. Z.; JUNIOR, S. N.; FREITAS, S. M. de. Agricultura de alimentos X de energia: impacto nas cotações internacionais. **Análises e Indicadores do Agronegócio**, v. 3, n. 1, jan. 2008.

BARBOSI, R. Achieving Optimal Bleaching Performance. *Oil Mill Gasetter*, v.112, 2006.

BELTRÃO, N. E. de M; OLIVEIRA, M. I. P. Oleaginosas e seus óleos: vantagens e desvantagens para a produção de biodiesel. 28p. (Embrapa Algodão. Documentos, 201) Campina Grande, 2008.

BICALHO, E. M.; CARVALHO, M.; MOTOIKE, S. Y.; PAES, J. M. V. Propagação da Macaúba: Ciência e desafio. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 16-19, nov./dez. 2011.

BRACKETT, R.E. **Microbiological consequences of minimally processed fruits and vegetables**. *Journal of Food Quality*, Trumbull, v.10, n.3, p.195-206, 1987.

BRECHT, J.K. Physiology of lightly processed fruits and vegetables. **HortScience**, Alexandria, v.30, n.1, p.18-22, 1995.

BRENNAN, J. G., BUTTERS, J. R.; COWEEL, N. D.; LILLEY, A. E. V. **Food engineering operations**. Linton Road, England: Elsevier Applied Science, 1990.

BORRMANN, D.; J, R. M.; SINNECKER, P.; GOMES, M. S. O.; CASTRO, I. A.; MARQUEZ, U. M. L. Chemical and biochemical characterization of soybean produced under drought stress. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n.3, 676-681,2009.

CALDEIRA, A. C. D. M. *et al.*, 2010. Biometria comparativa de frutos de Macaúba (*Acrocomia aculeata*) de diferentes regiões de Minas Gerais. In: CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BIODIESEL, 4.; CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BIODIESEL, 7., 2010, Belo Horizonte.

CAMPBELL, G. S.; NORMAN, J. M. **An Introduction to Environmental Physics**. Springer, N. York, 286 p., 1998.

CAÑO ANDRADE, M.H.; VIEIRA, A. S.; AGUIAR, H. F.; CHAVES, J. F. N.; NEVES, R.M.P.S. ; MIRANDA, T. L S; SALUM, A. Óleo do Fruto da Palmeira Macaúba Parte I: Uma

Aplicação Potencial Para Indústrias de Alimentos, Fármacos e Cosméticos. *Anais do II ENBTEQ - Encontro Brasileiro sobre Tecnologia na Indústria Química*. São Paulo : ABEQ, 2006. v. 1.

CARDELLO, H. M. A. B.; BORGHI, A. B. M. P.; VILA, M. M. D.; GONÇALVES, L. A. G. Clarificação convencional de óleo se sementes de algodão (*Gossipium hirsutum*). **Alimentos e Nutrição**, n.6, p.77-87, 1995.

CARVALHO, F. M. de. Influência da temperatura do ar de secagem e da utilização do ácido etilenodiaminotetracético na qualidade do óleo e caracterização do fruto da Macaúba. 2010. 130p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Departamento de Engenharia Agrícola, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2010.

CAVALCANTI-OLIVEIRA, E. D.; SILVA, P. R.; ROSA, T. S.; MOURA, N. M. L.; SANTOS, B. C. P.; CARVALHO, D. B.; SOUSA, J. S.; CARVALHINHO, M. T. J. E.; CASTRO, A. M.; FREIRE, D. M. G. Methods to prevent acidification of Macaúba (*Acrocomia aculeata*) fruit pulp oil: A promising oil for producing biodiesel. **Industrial Crops and Products**, v. 77, p.703-707, 2015.

CETEC - FUNDAÇÃO CENTRO TECNOLÓGICO DE MINAS GERAIS. Produção de combustíveis líquidos a partir de óleos vegetais: Estudo das oleaginosas nativas de Minas Gerais. **Relatório Final do Convênio STI- MIC/CETEC**, v. 1, 152 p., 1983.

CHAPIN, F. S.; MATSON, P. A.; MOONEY, H. A. **Principles of terrestrial Ecosystem ecology**. Nova York: Springer, 2002, 455 p.

CHITARRA, M. I.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e Hortaliças: fisiologia e manuseio**. 2.ed. Lavras: UFLA, 2005. 785p.

CICONINI, G. 2012. 128p. Caracterização de frutos e óleo de polpa de Macaúba dos biomas Cerrado e Pantanal. Dissertação (mestrado em biotecnologia) – Universidade Católica Dom Bosco, Campo Grande, 2011.

CICONINI, G.; FAVARO, S. P.; ROSCOE, R.; MIRANDA, C. H. B.; TAPETI, C. F.; MIYAHIRA, M. A. M.; BEARARI, L.; GALVANI, F.; BORSATO, A.V.; COLNAGO, L.

A.; NAKA, M. H. Biometry and oil contents of *Acrocomia aculeata* fruits from the Cerrados and Pantanal biomes in Mato Grosso do Sul, Brazil. **Industrial Crops and Products**, v. 45, p. 208-214, 2013.

CLEMENT, C. R.; LLERAS PÉREZ, E.; VAN LEEUWEN, J. O potencial das palmeiras tropicais no Brasil: acertos e fracassos das últimas décadas. **Agrociências**, Montevideu, v.9, n.1/2, p. 67-71, 2005.

COIMBRA, M. C.; JORGE, N. Characterization of the pulp and kernel oils from *Syagrus oleracea*, *Syagrus romanzoffiana*, and *Acrocomia aculeata*. **Journal of Food Science**, v. 76, n. 8, p. 1156-1161, 2011a.

COIMBRA, M. C.; JORGE, N. Proximate composition of guariroba (*Syagrus oleracea*), jervá (*Syagrus romanzoffiana*) and Macaúba (*Acrocomia aculeata*) palm fruits. **Food Research International**. V. 44, p. 2139-2142, 2011b.

CORREA, I. M. S. Extração e pirólise do óleo de girassol (*Helianthus annuus L.*) visando a produção de biocombustíveis. 2009, 105p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009.

CRABBE, E.; NOLASCO-HIPOLITO, C.; KOBAYASHI, G.; SONOMOTO, K.; ISHIZAKI, A. Biodiesel production from crude palm oil and evaluation of butanol extraction and fuel properties. **Process Biochemistry**, v.37, p.65-71, 2001.

CHRISTIE, W. W. **Gas Chromatography and Lipids**, Pergamon Press, 1989.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. 4. ed. Porto Alegre, RS: Artmed, 2010. 900p.

DAVIES, B.H. 1976. Carotenoids. In: Goodwin, T.W. (Ed.), **Chemistry and Biochemistry of Plant Pigments**, Vol. 2. Academic Press, London, p. 38–165.

DIAS, M. Diversidade e produção de celulases por bactérias epifíticas de frutos típicos de Cerrado mineiro. 2012, 110p. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2012.

DIDI, M. A.; MAKHOUKHI, B.; AZZOUZ, A.; VILLEMIN, D. Colza oil bleaching through optimized acid activation of bentonite. A comparative study. **Applied Clay Science**, n.42, p.336-344, 2009.

DUARTE, I. D.; ROGÉRIO, J. B.; LICURGO, F. M. da S.; BACK, G. R.; SANTOS, M. C. S.; 82 ANTONIASSI, R.; FARIA-MACHADO, A. F.; BIZZO, H. R.; JUNQUEIRA, N. T. V. Efeito da maturação de frutos de Macaúba no rendimento de óleo e na composição em ácidos graxos. CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BIODIESEL, 5.; CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BIODIESEL, 8., 2012, Salvador. Biodiesel, inovação e desenvolvimento regional: Anais... trabalhos científicos. Lavras: UFLA, 2012., p. 253-254.

DUMONT, M.; NARINE, S.S. Soapstock and deodorizer distillates from North American vegetable oils: Review on their characterization, extraction and utilization. **Food Research International**, n.40, p.957-974, 2007.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. EN 14112. Gorduras e Derivados de Óleo - Ésteres Metílicos de Ácidos Graxos – Determinação de Estabilidade à Oxidação. European Committee for Standardization, Berlin, 2003.

EVANGELISTA, J. **Tecnologia de alimentos**. 2 impressão, 2 edição, Editora Atheneu, Rio de Janeiro, 1994.

FARIA, S. J. M.; CAÑO ANDRADE, M. H. Carvão Ativado a partir do Endocarpo do Fruto da Macaúba - Processo de Obtenção e Usos. 2012, Brasil. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR1020120324792, data de depósito: 19/12/2012, título: "Carvão Ativado a partir do Endocarpo do Fruto da Macaúba - Processo de Obtenção e Usos" , Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

FARIAS, T. M. et al. Determinação de um indicador visual externo do estado de degradação dos frutos da macaúba. Anais do 6º Congresso Brasileiro de Plantas 89 Oleaginosas, Óleos, Gorduras e Biodiesel, p. 3404-3409, Montes Claros, 2009.

FARIAS, T. M.; CAÑO ANDRADE, M. H.; PEREIRA, M. P. L.; SILVA, C. L.; RODRIGUES, G. R. Avaliação do desenvolvimento da acidez livre nos frutos da Macaúba. In: 4º Congresso da Rede Brasileira de Tecnologia de Biodiesel 7º Congresso Brasileiro de Plantas Oleaginosas, Óleos, Gorduras e Biodiesel. 2010. Belo Horizonte/MG. Anais... Belo Horizonte, 2010.

FELLOWS, P. J. Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática. Tradução Florencia Cladera Oliveira, 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2006. 602p.

FERRARI, R. A.; AZEVEDO FILHO, J. A. de. Macauba as promising substrate for crude oil and biodiesel production. **Journal of Agricultural Science and Technology**. v.2, p.1119-1126, 2012.

FERRARI, R. A.; OCANHA, A. C. S.; PIGHINELLI, A. L. M.; AZEVEDO FILHO, J. A. de. Considerações sobre processamento tecnológico dos frutos da macaúba por prensagem contínua. In: CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BIODIESEL, 4.; CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BIODIESEL, 7., 2010, Belo Horizonte.

FERREIRA, D. F. Sisvar: a computer statistical analysis system. **Ciência e Agrotecnologia (UFPA)**, v. 35, n. 6, p. 1039-1042, 2011.

FUNDAÇÃO CENTRO TECNOLÓGICO DE MINAS GERAIS/CETEC. Produção de combustíveis líquidos a partir de óleos vegetais. Volume 1: Estudo das oleaginosas nativas de Minas Gerais. Relatório final de projeto. Belo Horizonte, 1983. 152p.

GAROFALO, M. N. Regeneração de argilas clarificantes da indústria de refino de óleos vegetais. 76 p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011.

GAVA, A. J.; SILVA, C. A. B.; FRIAS, J. R. G. **Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações**. São Paulo: Nobel, 2008.

GIBON, V.; GREYT, W. de. KELLENS, M. Palm oil refining. **European Journal of Lipid Science and Technology**., v.109, p.315-335, 2007.

GÓMEZ-PINÓL, J. M.; BORONAT, M. C. de la T. Influencia de la tecnologia em nutritivo de los alimentos: lípidios. **Alimentaria**, v. 204, p. 15-21, 1989.

GONELI, A. L. D.; CORRÊA, P. C.; RESENDE, O.; REIS NETO, S. A. Estudo da difusão de umidade em grãos de trigo durante a secagem. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 1, p. 135-140, jan.-mar, 2007.

GOODRUM, J. W. Volatility and boiling points of biodiesel from vegetable oils and tallow. **Biomass and Bioenergy**, v.22, p.205-211, 2002.

GOULART, S. de M. Amadurecimento pós-colheita de frutos de Macaúba e qualidade do óleo para a produção de biodiesel. 66 p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2014.

GUNSTONE, F. D. **The Chemistry of Oils and Fats: Sources, Composition, Properties and Uses**. Blackwell Publishing, 1. ed., 2004. 307p.

GUNSTONE, F. D. Vegetable oils. In: SHAHIDI, F. **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**. 6.ed. Wiley-Interscience, 2005.

HIANE, P. A. Chemical and nutritional evaluation of kernels of bocaiuva, *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, n. 3, p. 683-689, jul./set. 2006.

IAMANAKA, B. T.; OLIVEIRA, I. S.; TANIWAKI, M. H. Micotoxinas em alimentos. Anais da Academia Pernambucana de Ciência Agrônômica, Recife, v. 7, p. 138-161, 2010.

IHA, O. K.; ALVES, F. C. S. C.; SUAREZ, P. A. Z.; OLIVEIRA, M. B. F.; MENEGHETTI, S. M. P.; SANTOS, B. P. T.; SOLETTI, J. I. Physicochemical properties of Syagrus coronata and Acrocomia aculeata oils for biofuel production. **Industrial Crops and Products**. v. 62, p. 318-322, 2014.

INDIRA, T. N.; HEMAVATHY, J.; KHATOON, S.; GOPALA KRISHNA, A. G.; BHATTACHARYA, S. Water degumming of rice bran oil: a response surface approach. **Journal of Food Engineering**, v.43, p.83-90, 2000.

INMET – Instituto Nacional de Meteorologia. Disponível em:<  
[http://www.inmet.gov.br/sim/abre\\_graficos.php](http://www.inmet.gov.br/sim/abre_graficos.php) > Acesso em 15 de julho de 2015.

INSTITUTO ADOLF LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolf Lutz, 2008, 1020 p. Versão eletrônica.

KAYNAK, G.; ERSOZ, M. KARA, H. Investigation of the properties of oil at the bleaching unit of an oil refinery. **Journal of colloid and interface Science**, v.208, p.131-138, 2004.

KUSDIANA, D.; SAKA, S. Methyl esterification of free fatty acids of rapeseed oil as treated in supercritical methanol. **Journal of Chemical Engineering**, v. 34, p. 383-387, 2001.

KWAK, S. S.; KIM, S. K.; PARK, I. H.; LIU, J. R. Enhancement of peroxidase activity by stress-related chemicals in sweet potato. **Phytochemistry**, v. 43, p. 565-568, 1996.

LESCANO, C. H.; OLIVEIRA, I. P.; SILVA, L. R.; BALDIVIA, D. S.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; ARRUDA, E. J.; MORAES, I. C. F.; LIMA, F. F. Nutrients content, characterization and oil extraction from Acrocomia aculeata (Jacq.) Lodd. Fruits. **African Journal of Food Science**. V. 9, n. 3, p.113-119, 2015.

LIMA, M.M., Análise transdisciplinar, evolutiva e sustentável de uma *filière* de combustível: a Macaúba em Montes Claros/MG. Tese (Doutorado em Agronegócios) Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 316p., 2011.

LIN, S.W.; HUEY, S. M. High oleic enhancement of palm olein via enzymatic interesterification. **Journal of Oil Science**, v. 58, p. 549-555, 2009.

LINDOW, S.E. e BRANDL, M.T. Microbiology of the Phyllosphere. **Applied and Environmental Microbiology**, 69 (4), p. 1875–1883, 2003.

LIRA, F. F.; MACHADO, W.; SANTOS, J. V. F. dos; TAKAHASHI, S. A.; GUIMARÃES, M. de F.; LEAL, A. C. Avaliação da composição centesimal de frutos da Macaúba. **Biochemistry and Biotechnology Reports**, v. 2, n. 3, p. 17-20, 2013.

LIU, K.; GAO, S.; CHUNG; HUANG, C.; LIN. Y. Effect of process conditions on the removal of phospholipids from *Jatropha curcas* oil during the degumming process. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 90, p.1381-1386, 2012.

LOPES, K da S. Avaliação da etapa de clarificação do óleo de soja através de planejamento composto central e investigação do potencial de melhoria energética no processamento da soja. 2008. 157p. Dissertação (mestrado em Engenharia de Processos Térmicos e Químicos) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

LORENZI, G. M. A. C. *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart - Arecaceae: bases para o extrativismo sustentável. 166p. Curitiba. Tese (Doutorado em Ciências) – Departamento de Fitotecnia e Fitossanitarismo, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

LORENZI, G. M. A. C.; PIMENTEL, L. D.; PAULA, S. R de; NEGRELLE, R. R. B.; PAES, J. M. V. Prospecção da cadeia produtiva dos frutos da palmeira Macaúba no estado de Minas Gerais. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 7-14, nov./dez. 2011.

MACHADO, G. C.; CHAVES, J. B. P. C.; ANTONIASSI, R. Composição em ácidos graxos e caracterização física e química de óleos hidrogenados de coco babaçu. **Revista Ceres**, v. 53, n. 308, p. 463-470, jul./ago. 2006.

MACHADO, W.; GUIMARÃES, M. F.; LIRA, F.F; SANTOS, F.F.; SANTOS, J. V.F.; TAKAHASHI, L. S. A.; LEAL, A. C.; COELHO, G. T. C. P. Evaluation of two fruit ecotypes

(totai and sclerocarpa) of Macaúba (*Acrocomia aculeata*). **Industrial Crops and Products**. 2014.

MAGRO, N. G. D.; COELHO, S. R. M.; HAIDA, K. S.; BERTÉ, S. D.; MORAES, S. S. Comparação físico-química de frutos congelados de *Butia eriospatha* (Mart.) Becc. do Paraná e Santa Catarina – Brasil. **Revista Varia Scientia**, v. 6, n. 11, p. 33-42, 2006.

MANDARINO, J. M. G; ROESSING, A. C. Tecnologia para produção do óleo de soja: descrição das etapas, equipamentos, produtos e subprodutos. Documentos, n.171, Londrina: Embrapa Soja, 2001, 40p. Disponível em: Acesso em: 16 de jun. de 2014.

MANFIO, C. E.; MOTOIKE, S. Y.; SANTOS, C. E. M. dos; PIMENTEL, L. D.; QUEIROZ, V.; SATO, A. Y. Repetibilidade em características genéticas da Macaúba. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.41, n.1, p.70-76, 2011a.

MANFIO, C. E.; RESENDE, M. D. V. de; SANTOS, C. E. M. dos; MOTOIKE, S. Y.; LANZA, M. A.; PAES, J. M. V. Melhoramento genético da Macaúba. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n.265, p.32-39, nov./dez. 2011b.

MAPA. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. 2006 – Instrução identidade e qualidade de óleos vegetais refinados. Publicado no Diário Oficial da União de 26/12/2006, Seção 1, 140p.

MARTINS, A. D. Radiação Gama e secagem na conservação da qualidade do óleo de frutos de Macaúba. 2013. 109p. Dissertação (mestrado em Fitotecnia) – Departamento de Fitotecnia, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.

MELO, M. R.; MEIO, M. A.F; SILVA, E. S.; FILHO, J. R. C.; SOUZA, A. G. Study of the stability of oils vegetables for productions of Biodiesel. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 9, n. 1, p. 84-88, 2014.

MORAIS, M. M.; ALVES, W. S.; PEREIRA, E. C.; ARAÚJO, A. G.; SILVA, M. A. de S.; VIEIRA, J. S. C. Comparação entre métodos de purificação de óleo vegetais por degomagem

visando à produção de biodiesel. In: Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação, Palmas, 2012.

MOREIRA, J. M. M. A. P.; SOUZA, T. C. R. de Macaúba: oportunidades e desafios. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 2009. Disponível em: < [www.cpac.embrapa.br/noticias/artigosmidia/publicados/163/](http://www.cpac.embrapa.br/noticias/artigosmidia/publicados/163/)> Acesso em: 15 out. 2011.

MORETTO, E.; FETT, R. Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos. São Paulo: Livraria Varela, 1998. 151 p.

MOTA, C. S.; CORRÊA, T. R.; GROSSI, J. A. S.; CASTRICINI, A.; RIBEIRO, A. da S. Exploração sustentável da Macaúba para a produção de biodiesel: colheita, pós-colheita e qualidade dos frutos. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 41-51, nov./dez. 2011.

MOTOIKE, S. Y.; NACIF, A. P.; PAES, J. M. V. Macaúba: história do nascimento de uma cultura. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 6, nov./dez. 2011.

MOTTA, P. E. F. da; CURI, N.; FILHO, A. T. de O.; GOMES, J. B. V. Ocorrência da Macaúba em Minas Gerais: relação com atributos climáticos, pedológicos e vegetacionais. **Pesq. agropec. bras.**, Brasília, v. 37, n. 7, p. 1023-1031, jul. 2002.

MOURA, E. F.; VENTRELLA, M. C.; MOTOIKE, S. Y. Anatomy, histochemistry and ultrastructure of seed and somatic embryo of *Acrocomia aculeata* (Arecaceae). **Scientia Agricola**. v. 67. n. 4, p. 399-407, 2010.

MPAGALILE, J.J.; HANNA, M. A.; WEBER, R. Design and testing of a solar photovoltaic operated multi-seeds oil press. **Renewable Energy**, v. 31, p. 1855-1866, 2006.

NAVARRO-DÍAZ, H. J.; GONZALEZ, S. L.; IRIGARAY, B.; VIEITEZ, I.; JACHMANIÁN, I.; HENSE, H.; OLIVEIRA, J. V. Macauba oil as an alternative feedstock for biodiesel: Characterization and ester conversion by the supercritical method. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 93, p. 130-137, 2014.

NGUETNKAM, J. P.; KAMGA, R.; VILLIÉRAS, F.; EKODECK, G. E.; YVON, J. Assessing the bleaching capacity of some Camerronian clays on vegetable oils. **Applied Clay Science**, n.39, p.113-121, 2008.

NUNES, A. A. Óleo da polpa de Macaúba (*Acrocomia aculeata* (Jacq) Lood. ex Mart.) com alta qualidade: processo de refino e termoestabilidade. 2013. 126p. Dissertação (mestrado em biotecnologia) – Universidade Católica Dom Bosco, Campo Grande, 2013.

NUNES, A.A.; FAVARO, S. P.; GALVANI, F.; MIRANDA, C. B. Good practices of harvest and processing provide high quality macauba pulp oil. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 117, 2015.

NUNES, S. P. Produção e consumo de óleos vegetais no Brasil. **Boletim Eletrônico do Deser**, n. 159, jun. 2007.

O'BRIEN, R. D. **Fats and oils: Formulating and processing for applications**. 3rd. ed. CRC Press, 2009. 765p.

OCANHA, A.C S.; FERRARI, R. A. Tecnologia para extração de óleo e produção de biodiesel de Macaúba. In: CONGRESSO INTERINSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO, 5., 2011, Campinas. **Anais eletrônicos...** Campinas: Embrapa, 2011. Disponível em: <<http://www.cnpm.embrapa.br/5ciic/anais/Artigos/RE11215.pdf>> Acesso em: 13 jun. 2012.

OETTERER, M., REGITANO-D'ARCE, M. A. B. & SPOTO, M. H. F. **Fundamentos de ciência e tecnologia de alimentos**. Barueri, SP: Manole, 2006

OLIVEIRA, A. L. dos S.; TORRES, M. A.; FREIRE, S. J.; PEREIRA, T. B.; SANTOS, T. F. dos; SILVA, V. O. da; AZEVÊDO, L. C. de. Caracterização físico-química da Macaúba (*Acrocomia Aculeata* Jacq. Lodd) cultivada no sertão pernambucano. In: Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte e Nordeste Tecnológica, IV, 2009, Belém.

OLIVEIRA, C. G. Proposta de modelagem transiente para a clarificação de óleos vegetais - Experimentos cinéticos e simulação do processo industrial. 2001. 164p. Dissertação

(mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Bioactive compounds and physicochemical parameters of Grugu Palm (*Acrocomia aculeata*) from Brazil: pulp and powder. **Food Science and Technology Research**, v. 20, n. 1, p. 7-12, 2014.

OLIVEIRA, D. M.; COSTA, J. de P. da, CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Characterization of Grugu Palm pulp for food applications. **Journal of Food Science and Engineering**, v.3, p. 107-112, 2013.

OLIVEIRA, M. E. B. *et al.* Aspectos agronômicos e de qualidade do pequi. Documentos, 113. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2008. 32p.

OLIVEIRA, S. A. T. Estudo das unidades de degomagem e neutralização. 2012. 85p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Instituto Superior Técnico, Universidade Técnica de Lisboa, 2012.

OMAR, S.; GIRGIS, B.; TAHA, F. Carbonaceous materials from seed hulls for bleaching of vegetable oils. Carbonaceous materials from seed hulls for bleaching of vegetable oils. **Food Research International**, v.36, p.11-17, 2003.

ORDÓÑEZ, Juan A. **Tecnologia de Alimentos: Componentes dos Alimentos e Processos**. Tradução de Fátima Murad. Porto Alegre: Artmed, 2005. v.1 294 p.

PAN, L. G. *et al.* A kinetic study of phospholipid extraction by degumming process in sunflower seed oil. **Journal of the American Oil Chemists Society**, Chicago, v. 77, n. 12, p. 1273-1277, 2000.

PANSERA, R. Produção de óleo de soja clarificado. 2012, 180p. Trabalho de conclusão de curso.

PEIXOTO, M. Produção de oleaginosas no Brasil e no mundo. In: FARIA, I. D. *et al.* Utilização de óleo vegetal refinado como combustível: aspectos legais, técnicos, econômicos, ambientais e tributários. Brasília: Centro de Estudos da Consultoria do Senado. 2010. 64p.

PEREIRA, L. H. G.; FAVARO, S. P.; BANDEIRA, R.; COSTA, F. A. Avaliação da microbiota presente na polpa da Macaúba com ou sem sanitização durante armazenamento dos frutos. In: Congresso brasileiro de Macaúba: consolidação da cadeia produtiva, I., 2013, Patos de Minas, MG / Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Produção e Agroenergia, Brasília: MAPA/ACS, 2013.

PEREIRA, L. M.; ANTONIASSI, R.; MESQUITA, D.L.; JUNQUEIRA, N.T. V.; CARGNIN, A. Rendimento em óleo e carotenóides de Macaúba (*Acrocomia acculeata*). In: 32a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 2009, Fortaleza. **Anais...** 32a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 2009.

PIGHINELLI, A. L. M. T. Estudo da extração mecânica e da transesterificação etílica de óleos vegetais. 2010. 222p. Campinas. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2010.

PIMENTA, T. V. Metodologias de obtenção e caracterização dos óleos do fruto da Macaúba com qualidade alimentícia: da coleta à utilização. 2010. 122p. Belo Horizonte. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

PIMENTA, T. V.; ANTONIASSI, R.; FREITAS, S. C.; CAÑO ANDRADE, M. H. Parâmetros de qualidade, estrutura lipídica e características de fusão dos óleos do fruto da palmeira Macaúba. In: CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BIODIESEL, 4.; CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BIODIESEL, 7., 2010, Belo Horizonte.

PIMENTA, T. V.; ANTONIASSI, R.; CAÑO ANDRADE, M. H. The Palm Tree Macauba Fruits: Improved Methodologies For Collecting The Fruit, Extraction and Characterization of its Oils. In: VI Congreso Argentino de Ingeniería Química, 2010, Mar del Plata. **Anais eletrônicos...** Buenos Aires: Asociación Argentino de Ingeniería Química, 2010.

PIMENTA, T. V.; CANO ANDRADE, M. H.; ANTONIASSI, R. Extração, neutralização e caracterização dos óleos do fruto da macaúba (*Acrocomia aculeata*). In: XIX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, Búzios, 2012.

PIMENTEL, L. D.; BRUCKNER, C. H.; MARTINEZ, H. E. P.; TEIXEIRA, C. M.; MOTOIKE, S. Y.; NETO, J. C. P. Recomendação de adubação e calagem para o cultivo de Macaúba: 1ª aproximação. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte: EPAMIG, v.32, n. 265, p. 20-30, nov./dez. 2011.

PIRES, T. P.; DOS SANTOS SOUZA, E.; KUKI, K. N.; MOTOIKE, S. Y. Ecophysiological traits of the macaw palm: a contribution towards the domestication of a novel oil crop. **Industrial Crops and Products**, v. 44, p. 200-210, 2013.

RAMALHO, V. C.; JORGE, N. Antioxidantes utilizados em óleos, gorduras e alimentos gordurosos. **Química Nova**, v.29, n.4, 755-760, 2006.

RAMOS, M. I. L., RAMOS FILHO, M. M., HIANE, P. A., BRAGA NETO, J. A., SIQUEIRA, E. M. D. Nutritional quality of the pulp of bocaiuva [*Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd]. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, v.28, p.90–94, 2008.

RATTHER, J. A.; BRIDGEWATER, S.; RIBEIRO, J. F. Analysis of the floristic composition of the brasilian cerrado vegetation III: Comparison of the woody vegetation of 376 areas. **Edinburgh Journal of Botany**, v. 60, n. 1, p. 57-109, 2003.

RESENDE, A. A. Leveduras associadas a frutos da macaúba (*Acrocomia aculeata* (JAQ.) LODD. EX MART): Diversidade e caracterização quanto à produção de exoenzimas e fatores de crescimento. 192p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

RICHARDSON, L. L. Use of Bleaching, Clays, in Processing Edible Oils, **Journal of the American Oil Chemists`s Society**, v. 55. n. 11, p. 777-780, 1978.

RIOS, R. D. F. Produção e aplicação de carvão ativado do endocarpo da Macaúba (*Acrocomia aculeata* (JACQ.) LODD. EX MART) para a adsorção seletiva de ouro em rejeitos da mineração. 2015. 115p. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) - Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos**. 1 ed. Campinas, SP: Casa de Espírito Amigo Fraternidade Fé e Amor, 2005.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B., KIMURA., M., Harvest plus handbook for carotenoid analysis. Washington, DC: International Food Policy Research Institute; Cali: International Center for Tropical Agriculture (Technical Monograph 2), 2004.

ROSSI, M.; GIANAZZA, M.; ALAMPRESE, C.; STANGA, F. The role of bleaching clays and synthetic silica in palm oil physical refining. **Food chemistry**, 82, 291-296, 2003.

SCARIOT, A. O.; LLERAS, E.; HAY, J. D. Reproductive biology of the palm *Acrocomia aculeata* in Central Brasil. **Biotropica**, v.23, n.1, 1991.

SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; CHUBA, C. A. M. Caracterização biométrica, física e química de frutos da palmeira bociúva *Acrocomia aculeata* (Jacq) Lodd. **Revista Brasileira de Fruticultura**, , v. 33, p. 1023-1028, set. 2011.

SAIKKONEN, K., WÄLI, P., HELANDER, M., FAETH, S.H., Evolution of endophyte plant symbioses. **Trends Plant Science**, 9, p. 275–280, 2004.

SANTORI, G.; DI NICOLA, G.; MOGLIE, M.; POLONARA, F. A review analyzing the industrial biodiesel production starting from vegetable oil refining. **Applied Energy**. v. 92. p. 109-132, 2012.

SANTOS, G. P. dos; ALM EIDA JÚNIOR, L. R.; YAMADA, C.; GARCIA, L. C.; FAVARO, S. P. Umidade e índice de acidez do óleo de polpa de frutos de Macaúba secos em diferentes condições de tempo e temperatura. In: Congresso brasileiro de Macaúba: consolidação da cadeia produtiva, I, 2013, Patos de Minas, MG/Ministério da Agricultura,

Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Produção e Agroenergia, Brasília: MAPA/ACS, 2013.

SILVA, C. E. L.; FARIAS, T. M.; ANDRADE, M. H. C.; RODRIGUES, M. N.; PEREIRA, M. da P. L.; RODRIGUES, G. R. Avaliação de métodos de sanitização para frutos da Macaúba (*Acrocomia aculeata*) após colheita extrativista. In: CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BIODIESEL, 4; CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BIODIESEL, 7, 2010, Belo Horizonte.

SILVA, G. C. R.; CAÑO ANDRADE, M. H.. Development and simulation of a new oil extraction process from fruit of macauba palm tree. **Journal of Food Process Engineering**, v.. 36, p. 134-145, 2013.

SILVA, I. C. C da. Uso de processos combinados para aumento do rendimento da extração e da qualidade do óleo de Macaúba. 2009. 99p. Dissertação (Mestrado em Tecnologias de Processos Químicos e Bioquímicos) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2009.

SILVA, J. S.; FINGER, F. L.; CORRÊA, P. C. **Armazenamento de frutas e hortaliças: Secagem e armazenagem de produtos agrícolas**. Viçosa: Aprenda Fácil, 2000, v.1; 1ed.; cap18; p. 469-502, 2000.

SILVA, J. A. Tópicos de tecnologia de alimentos, 2000.

SILVA, J. de C. Macaúba: Fonte de matéria-prima para os setores alimentício, energético e industrial. 2007. 63p.

SILVA, J. S. de O. 2011.62p. Efeito de reguladores na maturação e manejo pós-colheita de frutos de Macaúba *Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd ex Mart. 2011. Tese (doutorado) – Universidade Federal de Viçosa, 2011.

SILVA, M. R. S.; LACERDA, D. B. C.; SANTOS, G. G.; MARTINS, D. M. de O. Caracterização química de frutos nativos do cerrado. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 38, n. 6, p. 1790-1793, set. 2008.

SILVA, S. M.; SAMPAIO, K. A.; CERIANI, R.; VERHÉ, R. STEVENS, C.; GREYT, W. MEIRELLES, A. J. A. Effect of type of bleaching earth on the final color of refined palm oil. **LWT – Food Science and Technology**, v. 59, p. 1258-1264, 2014.

SILVA, S. M.; SAMPAIO, K. A.; CERIANI, R.; VERHÉ, R.; STEVENS, C.; WIM, G. de; MEIRELLES, A. J. A. Adsorption of carotenes and phosphorus from palm oil onto acid activated bleaching earth: Equilibrium, kinetics and thermodynamics. **Journal of food Engineering**, v.118, p.341-349, 2013.

SILVEIRA, A. L. M.; QUEIROZ, L. A. L.; FONSECA, R. M.; LABOISSIÈRE, L. H. E. S.; ANDRADE, M. H. C.; AMORIM, A. C. P. M; TEIXEIRA, N. de C. Aproveitamento da torta da macaúba (*Acrocomia aculeata*) para produção de biscoito tipo “cookie”. In: XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, Florianópolis, 2014.

SINGH, J., BARGALE, P. C. Development of a small capacity double stage compression screw press for oil expression. **Journal of Food Engineering**, v. 43, p. 75-82, 2000.

SINGH, K.K; WIESENBORN, D. P.; TOSTENSON, K.; KANGAS, N. Influence of moisture content and cooking on screw pressing of crambe seed. **Journal of the American Oil Chemists Society**, v. 79, n.2, p. 165-170, 2002.

SOUZA, C. D. D. Regeneração térmica de argilas comerciais para a reutilização na clarificação de óleo de soja. 2002. 99p. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2002.

SOUZA, C. F. T. de. Desenvolvimento, Maturação e Sistemas de Colheita de frutos da Macaúba (*Acrocomia aculeata*). 2013, 90p. Dissertação (mestrado em Biotecnologia) – Universidade Católica Dom Bosco, Campo Grande, 2013.

SOUZA, L. M.; CORREIA, K. C.; SANTOS, A. M. G. dos; BARRETO, L. P.; NETO, E. B. Comparação de metodologias de análises de pH e acidez titulável em polpa de melão. In: X Jornada de ensino, pesquisa e extensão, UFRPE:Recife, 2010.

TAN, C.P.; MAN CHE, Y. B.; SELAMAT, J.; YUSOFF, M. S. A. Comparative studies of oxidative stability of edible oils by differential scanning calorimetry and oxidative stability index methods. **Food Chemistry**, 76, 385-389, 2002.

TANDY, D. Oilseed extraction. In: TANDY, D. Introduction to facts and oils technology. Illinois: American Oil Chemists' Society, 1991.

TAPETI, C. F.; FAVARO, S. P.; ROSCOE, R.; GALVANI, F. Uniformidade de maturação dos frutos no cacho de Macaúbas nativas do Pantanal e Cerrado. Congresso brasileiro de Macaúba, I, 2013: Patos de Minas, MG/ Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Produção e Agroenergia.

TILAHUN, W. Y.; GROSSI, J. A. S.; FAVARO, S. P.; PIMENTEL, L. D. Pós-colheita de frutos de Macaúba em ambiente com temperatura controlada: efeito sobre a água na polpa. In: Congresso brasileiro de Macaúba: consolidação da cadeia produtiva, I, 2013, Patos de Minas, MG/Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Produção e Agroenergia, Brasília: MAPA/ACS, 2013.

TORTORA, G. J.; FUNKE, B. R.; CASE, C. L. **Microbiology: an introduction**. E. Pearson, 8 ed., 2004.

USDA, Foreign Agricultural Service (October 2015): Oilseeds: World Markets and Trade, Washington, D.C., USA. Disponível em: <http://apps.fas.usda.gov/psdonline/circulars/oilseeds.pdf> < Acessado em 10/11/2015.

VAISALI, C.; CHARANYAA, S.; BELUR, P. D.; REGUPATHI, 1. Refining of edible oils: a critical appraisal of current and potential technologies. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 50, p. 13-23, 2015.

VIEIRA, A.C. BARRETO, M. L. G.; VASCONCELOS, V. M.; SILVA, G. F. Degomagem do óleo de girassol para a produção de biodiesel. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, XVIII, 2009. Uberlândia. **Anais eletrônicos...** Uberlândia, 2009. Disponível em: <<http://www.cobeqic2009.feq.ufu.br/uploads/media/79621331.pdf>> Acesso em: 10 jul. 2012.

WANASUNDARA, P.K.P.D.; SHAHIDI, F. Antioxidants: Science, Technology, and Applications. In: SHAHIDI, F. **Bailey's Industrial Oil and Fat Products: Chemistry, Properties and Health Effects**. 6.ed., v.1, cap.11, EUA, Wiley – interscience, 2005.

WANDECK, F. A.; JUSTO, P. G. A Macaúba, fonte energética e insumo industrial: sua significação econômica no Brasil. In: SIMPÓSIO SOBRE O CERRADO, SAVANAS, 6., 1988, Brasília. Anais... Planaltina: Embrapa-CPAC, 1988. p. 541-577.

ZANOTTA, P. A. 1999 Ensaio Cinéticos de Clarificação do Óleo de Soja. Dissertação (Mestrado - em Engenharia Química)- Universidade Federal de Santa Catarina, 1999.

ZSCHAU, W. Bleaching of edible fats and oils. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v.103, n.8, 505-551, 2001.

ZUMACH, F. C.; SIMONELLI, G.; STINGUEL, L.; MOTTA, V. C. N. da. Determinação das variáveis que afetam a neutralização do óleo de pinhão manso. **Enciclopédia Biosfera**, Centro Científico conhecer, Goiânia, v.8, n.15, p.2257-2266, 2012.

## APÊNDICE

### A - Condições climáticas (temperatura e umidade relativa) na região de Belo Horizonte em diferentes safras.



Figura A.1 - Temperatura na região de Belo Horizonte no período de dezembro de 2011 a março de 2012, correspondendo à safra 2011/2012.

Fonte: INMET, 2015.

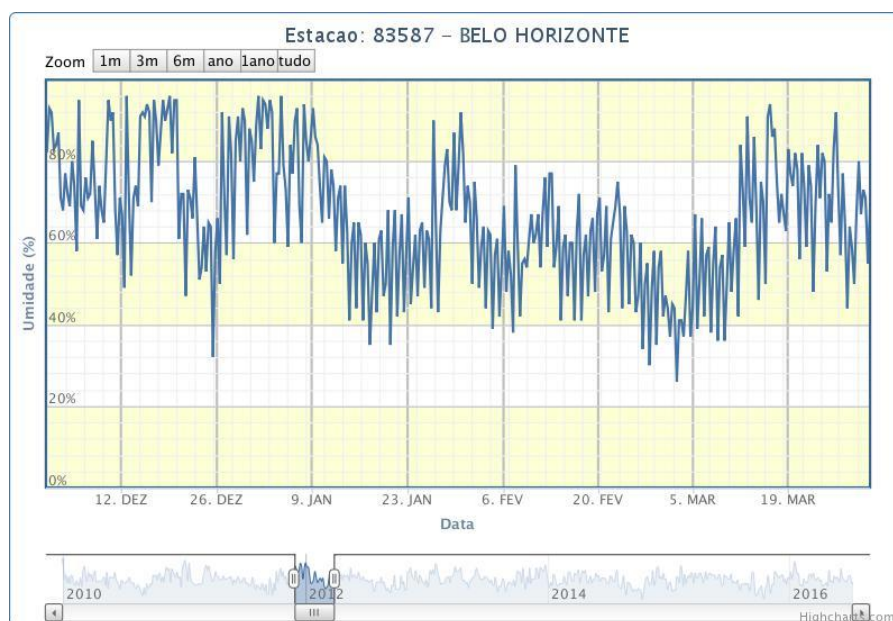


Figura A.2 - Umidade relativa na região de Belo Horizonte no período de dezembro de 2011 a março de 2012, correspondendo à safra 2011/2012.

Fonte: INMET, 2015.



Figura A.3 - Temperatura na região de Belo Horizonte no período de dezembro de 2012 a março de 2013, correspondendo à safra 2012/2013.

Fonte: INMET, 2015.



Figura A.4 - Umidade relativa na região de Belo Horizonte no período de dezembro de 2012 a março de 2013, correspondendo à safra 2012/2013.

Fonte: INMET, 2015.



Figura A.5 - Temperatura na região de Belo Horizonte no período de dezembro de 2013 a março de 2014, correspondendo à safra 2013/2014.

Fonte: INMET, 2015.

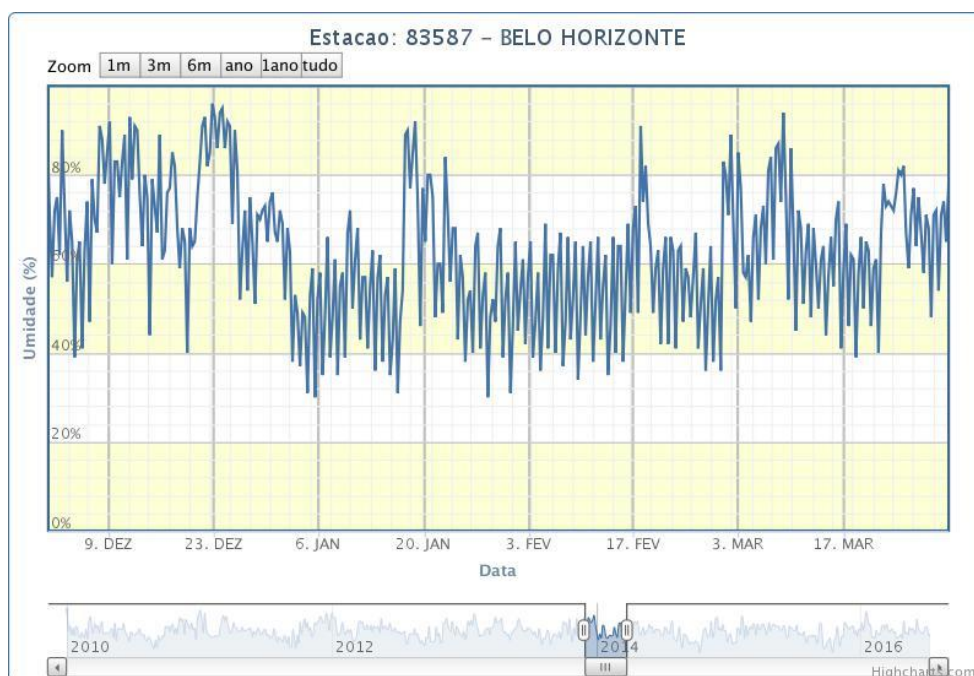


Figura A.6 - Umidade relativa na região de Belo Horizonte no período de dezembro de 2013 a março de 2014, correspondendo à safra 2013/2014.

Fonte: INMET, 2015.

## B - Resumo da Análise de Variância dos experimentos de caracterização dos frutos e da polpa da Macaúba após diferentes tratamentos pós-colheita.

### B.1 - Análise dos diferentes tratamentos pós-colheita

Tabela B.1.1- Análise de variância para o diâmetro longitudinal dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	2.236033	2.236033	1.594	0.2424
TEMPO	1	6.931200	6.931200	4.940	0.0570
LOTE*TEMPO	1	0.790533	0.790533	0.563	0.4744
erro	8	11.225333	1.403167		
Total corrigido	11	21.183100			
CV (%) =	2.67				
Média geral:	44.3650000	Número de observações:	12		

Tabela B.1.2 - Análise de variância para o diâmetro transversal dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	11.271408	11.271408	2.126	0.1829
TEMPO	1	9.919008	9.919008	1.871	0.2085
LOTE*TEMPO	1	0.054675	0.054675	0.010	0.9216
erro	8	42.405733	5.300717		
Total corrigido	11	63.650825			
CV (%) =	5.10				
Média geral:	45.1725000	Número de observações:	12		

Tabela B.1.3 - Análise de variância para o diâmetro longitudinal dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	7.979244	3.989622	4.214	0.0411
TEMPO	1	4.630939	4.630939	4.891	0.0471
LOTE*TEMPO	2	5.310178	2.655089	2.804	0.1002
erro	12	11.361533	0.946794		
Total corrigido	17	29.281894			
CV (%) =	2.16				
Média geral:	45.0794444	Número de observações:	18		

Tabela B.1.4 - Análise de variância para o diâmetro transversal dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	29.096044	14.548022	15.202	0.0005
TEMPO	1	10.811250	10.811250	11.297	0.0057
LOTE*TEMPO	2	3.072933	1.536467	1.605	0.2411
erro	12	11.484067	0.957006		
Total corrigido	17	54.464294			
CV (%) =	2.16				
Média geral:	45.2094444	Número de observações:	18		

Tabela B.1.5 - Análise de variância para o diâmetro longitudinal dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.432033	0.216017	0.057	0.9448
TEMPO	1	0.202672	0.202672	0.054	0.8210
LOTE*TEMPO	2	2.767211	1.383606	0.365	0.7014
erro	12	45.448133	3.787344		
Total corrigido	17	48.850050			
CV (%) =	4.55				
Média geral:	42.7416667	Número de observações:	18		

Tabela B.1.6 - Análise de variância para o diâmetro transversal dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	2.184700	1.092350	0.339	0.7190
TEMPO	1	5.141356	5.141356	1.596	0.2305
LOTE*TEMPO	2	25.112344	12.556172	3.898	0.0496
erro	12	38.657400	3.221450		
Total corrigido	17	71.095800			
CV (%) =	4.06				
Média geral:	44.2400000	Número de observações:	18		

Tabela B.1.7 - Análise de variância para a massa total dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	51.221098	51.221098	1.583	0.2439
TEMPO	1	302.746256	302.746256	9.355	0.0156
LOTE*TEMPO	1	4.342349	4.342349	0.134	0.7236
erro	8	258.908165	32.363521		
Total corrigido	11	617.217869			
CV (%) =	13.16				
Média geral:	43.2429333	Número de observações:	12		

Tabela B.1.8 - Análise de variância para a massa da casca dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	3.738265	3.738265	1.614	0.2396
TEMPO	1	3.715751	3.715751	1.605	0.2409
LOTE*TEMPO	1	1.142252	1.142252	0.493	0.5024
erro	8	18.525457	2.315682		
Total corrigido	11	27.121725			

Tabela B.1.9 - Análise de variância para a massa da polpa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	7.061923	7.061923	0.780	0.4029
TEMPO	1	174.426450	174.426450	19.263	0.0023
LOTE*TEMPO	1	0.003149	0.003149	0.000	0.9856
erro	8	72.438811	9.054851		
Total corrigido	11	253.930333			
CV (%) =	17.70				
Média geral:	17.0041167	Número de observações:	12		

Tabela B.1.10 - Análise de variância para a massa do endocarpo dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	0.065623	0.065623	0.014	0.9101
TEMPO	1	0.011053	0.011053	0.002	0.9630
LOTE*TEMPO	1	5.702993	5.702993	1.180	0.3090
erro	8	38.656595	4.832074		
Total corrigido	11	44.436264			
CV (%) =	17.57				
Média geral:	12.5136833	Número de observações:	12		

Tabela B.1.11 - Análise de variância para a massa da amêndoa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	0.000773	0.000773	0.006	0.9417
TEMPO	1	1.159844	1.159844	8.556	0.0191
LOTE*TEMPO	1	0.270510	0.270510	1.996	0.1955
erro	8	1.084431	0.135554		
Total corrigido	11	2.515558			
CV (%) =	19.48				
Média geral:	1.8901083	Número de observações:	12		

Tabela B1.12 - Análise de variância para a massa total dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	239.287887	119.643943	7.989	0.0062
TEMPO	1	1905.660674	1905.660674	127.244	0.0000
LOTE*TEMPO	2	41.249589	20.624794	1.377	0.2895
erro	12	179.717054	14.976421		
Total corrigido	17	2365.915204			
CV (%) =	9.20				
Média geral:	42.0551278	Número de observações:	18		

Tabela B.1.13 - Análise de variância para a massa da casca dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	12.193960	6.096980	3.878	0.0502
TEMPO	1	100.043813	100.043813	63.639	0.0000
LOTE*TEMPO	2	0.558792	0.279396	0.178	0.8393
erro	12	18.864493	1.572041		
Total corrigido	17	131.661057			
CV (%) =	12.31				
Média geral:	10.1870944	Número de observações:	18		

Tabela B.1.14 - Análise de variância para a massa da polpa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	28.978107	14.489053	2.441	0.1289
TEMPO	1	805.363627	805.363627	135.704	0.0000
LOTE*TEMPO	2	27.246978	13.623489	2.296	0.1432
erro	12	71.216344	5.934695		
Total corrigido	17	932.805056			
CV (%) =	14.65				
Média geral:	16.6309889	Número de observações:	18		

Tabela B.1.15 - Análise de variância para a massa do endocarpo dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	37.517753	18.758877	4.545	0.0339
TEMPO	1	7.535609	7.535609	1.826	0.2015
LOTE*TEMPO	2	1.004981	0.502491	0.122	0.8864
erro	12	49.524835	4.127070		
Total corrigido	17	95.583179			
CV (%) =	15.87				
Média geral:	12.8025389	Número de observações:	18		

Tabela B.1.16 - Análise de variância para a massa da amêndoa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	1.300430	0.650215	2.763	0.1030
TEMPO	1	0.847038	0.847038	3.599	0.0821
LOTE*TEMPO	2	2.282952	1.141476	4.850	0.0286
erro	12	2.824113	0.235343		
Total corrigido	17	7.254533			
CV (%) =	28.57				
Média geral:	1.6977722	Número de observações:	18		

Tabela B.1.17 - Análise de variância para a massa total dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	6.531375	3.265687	0.113	0.8940
TEMPO	1	284.199025	284.199025	9.845	0.0086
LOTE*TEMPO	2	87.678968	43.839484	1.519	0.2583
erro	12	346.403213	28.866934		
Total corrigido	17	724.812580			
CV (%) =	14.32				
Média geral:	37.5321056	Número de observações:	18		

Tabela B.1.18 - Análise de variância para a massa da casca dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.323955	0.161978	0.064	0.9388
TEMPO	1	7.644050	7.644050	2.998	0.1090
LOTE*TEMPO	2	12.539065	6.269533	2.459	0.1273
erro	12	30.594259	2.549522		
Total corrigido	17	51.101330			
CV (%) =	17.48				
Média geral:	9.1351111	Número de observações:	18		

Tabela B.1.19 - Análise de variância para a massa da polpa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	20.717356	10.358678	1.358	0.2940
TEMPO	1	230.473293	230.473293	30.212	0.0001
LOTE*TEMPO	2	14.521015	7.260508	0.952	0.4134
erro	12	91.542419	7.628535		
Total corrigido	17	357.254084			
CV (%) =	19.11				
Média geral:	14.4547222	Número de observações:	18		

Tabela B.1.20 - Análise de variância para a massa do endocarpo dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	3.107088	1.553544	0.590	0.5698
TEMPO	1	7.491030	7.491030	2.844	0.1175
LOTE*TEMPO	2	12.785742	6.392871	2.427	0.1303
erro	12	31.613193	2.634433		
Total corrigido	17	54.997053			
CV (%) =	13.99				
Média geral:	11.6017778	Número de observações:	18		

Tabela B.1.21 - Análise de variância para a massa da amêndoa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.770432	0.385216	2.035	0.1733
TEMPO	1	0.084187	0.084187	0.445	0.5174
LOTE*TEMPO	2	2.444930	1.222465	6.459	0.0125
erro	12	2.271053	0.189254		
Total corrigido	17	5.570602			
CV (%) =	25.14				
Média geral:	1.7303889	Número de observações:	18		

Tabela B.1.22 - Análise de variância para o teor de umidade da casca dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	2.096161	2.096161	8.325	0.0203
TEMPO	1	2240.691891	2240.691891	8899.055	0.0000
LOTE*TEMPO	1	12.523927	12.523927	49.740	0.0001
erro	8	2.014319	0.251790		
Total corrigido	11	2257.326297			
CV (%) =	1.89				
Média geral:	26.4909279	Número de observações:	12		

Tabela B.1.23 - Análise de variância para o teor de umidade da polpa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	9.056160	9.056160	1.469	0.2601
TEMPO	1	2585.851822	2585.851822	419.505	0.0000
LOTE*TEMPO	1	0.061643	0.061643	0.010	0.9228
erro	8	49.312404	6.164050		
Total corrigido	11	2644.282029			
CV (%) =	9.95				
Média geral:	24.9559075	Número de observações:	12		

Tabela B.1.24 - Análise de variância para o teor de umidade do endocarpo dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	18.814673	18.814673	23.666	0.0012
TEMPO	1	194.143135	194.143135	244.204	0.0000
LOTE*TEMPO	1	2.760513	2.760513	3.472	0.0994
erro	8	6.360027	0.795003		
Total corrigido	11	222.078347			
CV (%) =	6.00				
Média geral:	14.8659177	Número de observações:	12		

Tabela B.1.25 - Análise de variância para o teor de umidade da amêndoa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	0.025663	0.025663	0.106	0.7535
TEMPO	1	81.741902	81.741902	336.391	0.0000
LOTE*TEMPO	1	0.231499	0.231499	0.953	0.3576
erro	8	1.943972	0.242997		
Total corrigido	11	83.943036			
CV (%) =	3.73				
Média geral:	13.1990606	Número de observações:	12		

Tabela B.1.26 - Análise de variância para o teor de umidade da casca dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	9.236702	4.618351	6.631	0.0115
TEMPO	1	4003.150477	4003.150477	5747.489	0.0000
LOTE*TEMPO	2	33.422755	16.711377	23.993	0.0001
erro	12	8.358052	0.696504		
Total corrigido	17	4054.167985			
CV (%) =	3.12				
Média geral:	26.7182251	Número de observações:	18		

Tabela B.1.27 - Análise de variância para o teor de umidade da polpa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	4.356831	2.178416	0.909	0.4290
TEMPO	1	4986.684722	4986.684722	2080.776	0.0000
LOTE*TEMPO	2	19.549627	9.774813	4.079	0.0445
erro	12	28.758600	2.396550		
Total corrigido	17	5039.349780			
CV (%) =	6.25				
Média geral:	24.7838775	Número de observações:	18		

Tabela B.1.28 - Análise de variância para o teor de umidade do endocarpo dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	7.926794	3.963397	1.045	0.3816
TEMPO	1	568.854742	568.854742	149.997	0.0000
LOTE*TEMPO	2	13.432618	6.716309	1.771	0.2119
erro	12	45.509388	3.792449		
Total corrigido	17	635.723543			
CV (%) =	12.73				
Média geral:	15.3037942	Número de observações:	18		

Tabela B.1.29 - Análise de variância para o teor de umidade da amêndoa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	6.815722	3.407861	25.945	0.0000
TEMPO	1	434.427020	434.427020	3307.400	0.0000
LOTE*TEMPO	2	1.155590	0.577795	4.399	0.0369
erro	12	1.576200	0.131350		
Total corrigido	17	443.974532			
CV (%) =	3.09				
Média geral:	11.7256323	Número de observações:	18		

Tabela B.1.30 - Análise de variância para o teor de umidade da casca dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	423.546438	211.773219	569.146	0.0000
TEMPO	1	1880.925689	1880.925689	5055.041	0.0000
LOTE*TEMPO	2	474.420153	237.210077	637.509	0.0000
erro	12	4.465070	0.372089		
Total corrigido	17	2783.357350			
CV (%) =	2.97				
Média geral:	20.5068889	Número de observações:	18		

Tabela B.1.31 - Análise de variância para o teor de umidade da polpa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	124.778376	62.389188	81.059	0.0000
TEMPO	1	3733.629208	3733.629208	4850.921	0.0000
LOTE*TEMPO	2	61.233494	30.616747	39.779	0.0000
erro	12	9.236091	0.769674		
Total corrigido	17	3928.877170			
CV (%) =	4.16				
Média geral:	21.0804389	Número de observações:	18		

Tabela B.1.32 - Análise de variância para o teor de umidade do endocarpo dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	239.398794	119.699397	11.319	0.0017
TEMPO	1	439.272704	439.272704	41.539	0.0000
LOTE*TEMPO	2	131.342813	65.671407	6.210	0.0141
erro	12	126.898221	10.574852		
Total corrigido	17	936.912532			
CV (%) =	20.25				
Média geral:	16.0607889	Número de observações:	18		

Tabela B.1.33 - Análise de variância para o teor de umidade da amêndoa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	0.340168	0.340168	4.570	0.0650
TEMPO	1	185.354520	185.354520	2489.980	0.0000
LOTE*TEMPO	1	2.795026	2.795026	37.547	0.0003
erro	8	0.595521	0.074440		
Total corrigido	11	189.085236			
CV (%) =	2.41				
Média geral:	11.3365167	Número de observações:		12	

Tabela B.1.34- Análise de variância para o teor de óleo da casca dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	41.312543	41.312543	26.245	0.0009
TEMPO	1	44.412539	44.412539	28.214	0.0007
LOTE*TEMPO	1	9.300772	9.300772	5.909	0.0412
erro	8	12.592995	1.574124		
Total corrigido	11	107.618850			
CV (%) =	10.17				
Média geral:	12.3309582	Número de observações:		12	

Tabela B.1.35- Análise de variância para o teor de óleo da polpa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	44.113051	44.113051	15.298	0.0045
TEMPO	1	259.683166	259.683166	90.057	0.0000
LOTE*TEMPO	1	0.162501	0.162501	0.056	0.8183
erro	8	23.068283	2.883535		
Total corrigido	11	327.027002			
CV (%) =	3.02				
Média geral:	56.2406410	Número de observações:		12	

Tabela B.1.36- Análise de variância para o teor de óleo da amêndoa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	14.462538	14.462538	13.462	0.0063
TEMPO	1	150.834149	150.834149	140.403	0.0000
LOTE*TEMPO	1	14.204829	14.204829	13.222	0.0066
erro	8	8.594345	1.074293		
Total corrigido	11	188.095860			
CV (%) =	2.17				
Média geral:	47.6758582	Número de observações:		12	

Tabela B.1.37- Análise de variância para o teor de óleo da casca dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	15.946990	7.973495	4.235	0.0406
TEMPO	1	0.607770	0.607770	0.323	0.5804
LOTE*TEMPO	2	1.631424	0.815712	0.433	0.6581
erro	12	22.590983	1.882582		
Total corrigido	17	40.777167			
CV (%) =	10.70				
Média geral:	12.8225985	Número de observações:	18		

Tabela B.1.38- Análise de variância para o teor de óleo da polpa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	129.657455	64.828728	57.110	0.0000
TEMPO	1	186.907410	186.907410	164.654	0.0000
LOTE*TEMPO	2	39.736343	19.868172	17.503	0.0003
erro	12	13.621815	1.135151		
Total corrigido	17	369.923024			
CV (%) =	1.81				
Média geral:	58.7090438	Número de observações:	18		

Tabela B.1.39- Análise de variância para o teor de óleo da amêndoa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	73.873964	36.936982	1.712	0.2218
TEMPO	1	269.258767	269.258767	12.479	0.0041
LOTE*TEMPO	2	27.133175	13.566587	0.629	0.5499
erro	12	258.930495	21.577541		
Total corrigido	17	629.196400			
CV (%) =	9.54				
Média geral:	48.6743158	Número de observações:	18		

Tabela B.1.40- Análise de variância para o teor de óleo da casca dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	30.078128	15.039064	13.891	0.0008
TEMPO	1	4.063625	4.063625	3.753	0.0766
LOTE*TEMPO	2	4.544966	2.272483	2.099	0.1653
erro	12	12.992103	1.082675		
Total corrigido	17	51.678823			
CV (%) =	7.30				
Média geral:	14.2563500	Número de observações:	18		

Tabela B.1.41- Análise de variância para o teor de óleo da polpa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	29.373486	14.686743	2.134	0.1610
TEMPO	1	165.635167	165.635167	24.072	0.0004
LOTE*TEMPO	2	82.165493	41.082746	5.971	0.0159
erro	12	82.569361	6.880780		
Total corrigido	17	359.743507			
CV (%) =	4.69				
Média geral:	55.8773167	Número de observações:	18		

Tabela B.1.42- Análise de variância para o teor de óleo da amêndoa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	3.476438	1.738219	0.375	0.6953
TEMPO	1	1.308962	1.308962	0.282	0.6050
LOTE*TEMPO	2	2.004265	1.002132	0.216	0.8088
erro	12	55.666679	4.638890		
Total corrigido	17	62.456344			
CV (%) =	4.63				
Média geral:	46.4842000	Número de observações:	18		

Tabela B.1.43- Análise de variância para acidez da polpa dos frutos da 1ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	1	12.904428	12.904428	24.265	0.0012
TEMPO	1	747.170383	747.170383	1404.945	0.0000
LOTE*TEMPO	1	4.723318	4.723318	8.882	0.0176
erro	8	4.254517	0.531815		
Total corrigido	11	769.052646			
CV (%) =	5.95				
Média geral:	12.2523833	Número de observações:	12		

Tabela B.1.44- Análise de variância para acidez da polpa dos frutos da 2ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	55.211019	27.605510	363.552	0.0000
TEMPO	1	1430.823638	1430.823638	18843.285	0.0000
LOTE*TEMPO	2	61.731344	30.865672	406.487	0.0000
erro	12	0.911194	0.075933		
Total corrigido	17	1548.677195			
CV (%) =	2.64				
Média geral:	10.4365603	Número de observações:	18		

Tabela B.1.45- Análise de variância para acidez da polpa dos frutos da 3ª coleta.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	55.211019	27.605510	363.552	0.0000
TEMPO	1	1430.823638	1430.823638	18843.285	0.0000
LOTE*TEMPO	2	61.731344	30.865672	406.487	0.0000
erro	12	0.911194	0.075933		
Total corrigido	17	1548.677195			
CV (%) =	2.64				
Média geral:	10.4365603	Número de observações:	18		

**B.2- Avaliação de frutos coletados em duas localidades da grande BH**

Tabela B.2.1 - Análise de variância o diâmetro longitudinal dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.282467	0.141233	0.071	0.9320
erro	6	11.894733	1.982456		
Total corrigido	8	12.177200			
CV (%) =	3.59				
Média geral:	39.2100000	Número de observações:	9		

Tabela B.2.2 - Análise de variância o diâmetro transversal dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	1.844067	0.922033	0.477	0.6421
erro	6	11.588133	1.931356		
Total corrigido	8	13.432200			
CV (%) =	3.43				
Média geral:	40.4600000	Número de observações:	9		

Tabela B.2.3 - Análise de variância da massa total dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	120.990828	60.495414	6.224	0.0344
erro	6	58.317816	9.719636		
Total corrigido	8	179.308645			
CV (%) =	8.90				
Média geral:	35.0282889	Número de observações:	9		

Tabela B.2.4 - Análise de variância da massa da cascados frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	10.462158	5.231079	16.708	0.0035
erro	6	1.878548	0.313091		
Total corrigido	8	12.340706			
CV (%) =	6.76				
Média geral:	8.2827778	Número de observações:	9		

Tabela B.2.5 - Análise de variância da massa da polpa dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	29.051961	14.525980	11.766	0.0084
erro	6	7.407403	1.234567		
Total corrigido	8	36.459364			
CV (%) =	8.52				
Média geral:	13.0407778	Número de observações:	9		

Tabela B.2.6 - Análise de variância da massa do endocarpo dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	2.580155	1.290077	0.530	0.6137
erro	6	14.597908	2.432985		
Total corrigido	8	17.178063			
CV (%) =	14.05				
Média geral:	11.0998889	Número de observações:	9		

Tabela B.2.7 - Análise de variância da massa da amêndoa dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.173905	0.086952	1.427	0.3113
erro	6	0.365699	0.060950		
Total corrigido	8	0.539604			
CV (%) =	12.22				
Média geral:	2.0197778	Número de observações:	9		

Tabela B.2.8 - Análise de variância da umidade da polpa dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	124.366554	62.183277	271.787	0.0000
TEMPO	1	7151.613568	7151.613568	31257.891	0.0000
LOTE*TEMPO	2	143.374524	71.687262	313.327	0.0000
erro	12	2.745526	0.228794		
Total corrigido	17	7422.100172			
CV (%) =	1.84				
Média geral:	25.9764167	Número de observações:	18		

Tabela B.2.9 - Análise de variância da umidade da polpa dos frutos de Belo Horizonte (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	2	248.534211	124.267106	105.333	0.0000
TEMPO	1	2125.302672	2125.302672	1801.486	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	2	32.800344	16.400172	13.901	0.0008
erro	12	14.157000	1.179750		
Total corrigido	17	2420.794228			
CV (%) =	3.28				
Média geral:	33.0961111	Número de observações:	18		

Tabela B.2.10 - Análise de variância da umidade da polpa dos frutos de Belo Horizonte (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	2	92.244635	46.122317	63.543	0.0000
TEMPO	1	4238.522244	4238.522244	5839.464	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	2	92.143875	46.071937	63.474	0.0000
erro	12	8.710092	0.725841		
Total corrigido	17	4431.620846			
CV (%) =	3.75				
Média geral:	22.7158556	Número de observações:	18		

Tabela B.2.11 - Análise de variância do teor de óleo da polpa dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	210.552591	105.276296	51.706	0.0000
TEMPO	1	301.028095	301.028095	147.849	0.0000
LOTE*TEMPO	2	166.177146	83.088573	40.809	0.0000
erro	12	24.432583	2.036049		
Total corrigido	17	702.190416			
CV (%) =	2.93				
Média geral:	48.6266722	Número de observações:	18		

Tabela B.2.12 - Análise de variância do teor de óleo da polpa dos frutos de Belo Horizonte (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	2	6.677678	3.338839	8.837	0.0044
TEMPO	1	849.269422	849.269422	2247.835	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	2	273.830678	136.915339	362.386	0.0000
erro	12	4.533800	0.377817		
Total corrigido	17	1134.311578			
CV (%) =	1.11				
Média geral:	55.5388889	Número de observações:	18		

Tabela B.2.13 - Análise de variância do teor de óleo da polpa dos frutos de Belo Horizonte (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	2	70.932744	35.466372	58.266	0.0000
TEMPO	1	156.822050	156.822050	257.637	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	2	150.895300	75.447650	123.950	0.0000
erro	12	7.304333	0.608694		
Total corrigido	17	385.954428			
CV (%) =	1.33				
Média geral:	58.8561111	Número de observações:	18		

Tabela B.2.14 - Análise de variância do teor de óleo da casca dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	6.604974	3.302487	16.037	0.0004
TEMPO	1	2.574861	2.574861	12.504	0.0041
LOTE*TEMPO	2	0.005646	0.002823	0.014	0.9864
erro	12	2.471121	0.205927		
Total corrigido	17	11.656602			
CV (%) =	15.95				
Média geral:	2.8445389	Número de observações:	18		

Tabela B.2.15 - Análise de variância do teor de óleo da amendoa dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	69.493922	34.746961	8.674	0.0047
TEMPO	1	41.120055	41.120055	10.265	0.0076
LOTE*TEMPO	2	16.799761	8.399880	2.097	0.1656
erro	12	48.068104	4.005675		
Total corrigido	17	175.481842			
CV (%) =	4.51				
Média geral:	44.3662833	Número de observações:	18		

Tabela B.2.16 - Análise de variância da acidez titulável da polpa dos frutos de Taquaraçu de Minas.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	81.942654	40.971327	577.125	0.0000
TEMPO	1	363.439672	363.439672	5119.438	0.0000
LOTE*TEMPO	2	97.610813	48.805406	687.477	0.0000
erro	12	0.851905	0.070992		
Total corrigido	17	543.845044			
CV (%) =	5.21				
Média geral:	5.1146833	Número de observações:	18		

Tabela B.2.17 - Análise de variância da acidez titulável da polpa dos frutos de Belo Horizonte (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	2	60.958433	30.479217	95.183	0.0000
TEMPO	1	1832.344006	1832.344006	5722.201	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	2	63.957011	31.978506	99.865	0.0000
erro	12	3.842600	0.320217		
Total corrigido	17	1961.102050			
CV (%) =	5.09				
Média geral:	11.1083333	Número de observações:	18		

Tabela B.2.18 - Análise de variância da acidez titulável da polpa dos frutos de Belo Horizonte (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
TRATAMENTO	2	246.678844	123.339422	158.733	0.0000
TEMPO	1	2510.420760	2510.420760	3230.815	0.0000
TRATAMENTO*TEMPO	2	265.260753	132.630377	170.690	0.0000
erro	12	9.324289	0.777024		
Total corrigido	17	3031.684646			
CV (%) =	7.10				
Média geral:	12.4218406	Número de observações:	18		

### B.3- Avaliação de frutos coletados em diferentes meses e em uma mesma localidade

Tabela B.3.1 - Análise de variância do teor de umidade da polpa (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	171.613211	85.806605	87.652	0.0000
TEMPO	1	3297.745906	3297.745906	3368.656	0.0000
LOTE*TEMPO	2	5.761393	2.880697	2.943	0.0912
erro	12	11.747399	0.978950		
Total corrigido	17	3486.867910			
CV (%) =	3.03				
Média geral:	32.6226611	Número de observações:	18		

Tabela B.3.2 - Análise de variância do teor de umidade da polpa (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	190.215470	95.107735	325.598	0.0000
TEMPO	1	3026.744175	3026.744175	10361.966	0.0000
LOTE*TEMPO	2	50.072087	25.036044	85.710	0.0000
erro	12	3.505216	0.292101		
Total corrigido	17	3270.536949			
CV (%) =	1.80				
Média geral:	30.0954722	Número de observações:	18		

Tabela B.3.3 - Análise de variância da atividade de água da polpa (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.005014	0.002507	29.630	0.0000
TEMPO	1	0.094323	0.094323	1114.779	0.0000
LOTE*TEMPO	2	0.002047	0.001023	12.095	0.0013
erro	12	0.001015	0.000085		
Total corrigido	17	0.102399			
CV (%) =	1.02				
Média geral:	0.8980556	Número de observações:	18		

Tabela B.3.4 - Análise de variância da atividade de água da polpa (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	0.018854	0.009427	764.365	0.0000
TEMPO	1	0.110764	0.110764	8980.829	0.0000
LOTE*TEMPO	2	0.009922	0.004961	402.248	0.0000
erro	12	0.000148	0.000012		
Total corrigido	17	0.139688			
CV (%) =	0.39				
Média geral:	0.8933333	Número de observações:		18	

Tabela B.3.5 - Análise de variância da acidez titulável da polpa (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	101.911058	50.955529	1070.526	0.0000
TEMPO	1	2020.843691	2020.843691	42455.960	0.0000
LOTE*TEMPO	2	113.170588	56.585294	1188.802	0.0000
erro	12	0.571183	0.047599		
Total corrigido	17	2236.496520			
CV (%) =	1.72				
Média geral:	12.6595000	Número de observações:		18	

Tabela B.3.6 - Análise de variância da acidez titulável da polpa (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	43.825577	21.912789	200.619	0.0000
TEMPO	1	1661.693992	1661.693992	15213.407	0.0000
LOTE*TEMPO	2	92.217332	46.108666	422.141	0.0000
erro	12	1.310708	0.109226		
Total corrigido	17	1799.047609			
CV (%) =	3.00				
Média geral:	11.0104722	Número de observações:		18	

Tabela B.3.7 - Análise de variância do teor de óleo da polpa (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	129.036365	64.518182	57.694	0.0000
TEMPO	1	318.086412	318.086412	284.442	0.0000
LOTE*TEMPO	2	14.662560	7.331280	6.556	0.0119
erro	12	13.419403	1.118284		
Total corrigido	17	475.204740			
CV (%) =	1.99				
Média geral:	53.0332556	Número de observações:		18	

Tabela B.3.8 - Análise de variância do teor de óleo da polpa (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	222.632743	111.316371	110.023	0.0000
TEMPO	1	513.910045	513.910045	507.941	0.0000
LOTE*TEMPO	2	178.699609	89.349804	88.312	0.0000
erro	12	12.141014	1.011751		
Total corrigido	17	927.383410			
CV (%) =	1.85				
Média geral:	54.3811722	Número de observações:	18		

Tabela B.3.9 - Análise de variância do índice de acidez do óleo da polpa (1ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	4.107034	2.053517	7.886	0.0065
TEMPO	1	2458.026229	2458.026229	9439.351	0.0000
LOTE*TEMPO	2	3.206294	1.603147	6.156	0.0145
erro	12	3.124824	0.260402		
Total corrigido	17	2468.464382			
CV (%) =	4.14				
Média geral:	12.3119944	Número de observações:	18		

Tabela B.3.10 - Análise de variância do índice de acidez do óleo da polpa (2ª coleta).

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
LOTE	2	21.737744	10.868872	559.630	0.0000
TEMPO	1	2188.519872	2188.519872	112685.332	0.0000
LOTE*TEMPO	2	20.058487	10.029244	516.399	0.0000
erro	12	0.233058	0.019422		
Total corrigido	17	2230.549162			
CV (%) =	1.20				
Média geral:	11.6092778	Número de observações:	18		

### C - Distribuição das massas de cada parte (%) do fruto da Macaúba.

Tabela C.1 - Distribuição das massas de cada parte (%) do fruto da Macaúba.

	<b>Tempo 0</b>				<b>Tempo 30</b>			
	Polpa	Endocarpo	Casca	Amêndoa	Polpa	Endocarpo	Casca	Amêndoa
lote 0	45,96	25,27	25,72	3,06	35,49	32,93	25,62	5,95
lote 1	44,24	29,27	22,69	3,8	34,56	33,12	26,61	5,71
lote 0	46,88	26,1	23,65	3,37	29,99	41,14	25,05	3,82
lote 2	44,25	26,22	24,63	4,9	29,91	40,09	25,49	4,51
lote 3	45,38	26,49	25,37	2,76	35,08	34,18	24,24	6,49
lote 0	49,86	23,92	23,67	2,55	32,66	36,13	26,05	5,17
lote 4	44,01	28,29	22,99	4,71	32,42	36,65	25,84	5,09
lote 5	39,47	29,09	25,64	5,81	33,48	37,67	24,25	4,61

### D - Classificação dos frutos quanto à aparência, cor do epicarpo e pedúnculo dos frutos dos lotes que não passaram por tratamento (lote 0 e 1).

Tabela D.1- Classificação dos frutos quanto à aparência, cor do epicarpo e pedúnculo logo após a coleta e tratamento (tempo 0).

	Fruto	Aparência	Cor epicarpo	Cor pedúnculo
<b>Lote 0</b>	1	Quebrado, com secreção	Marrom esverdeado	Verde-amarelo-marrom
	2	Boa	Esverdeado	Marrom-amarelo
	3	Boa	Verde	Verde
	4	Boa	Marrom	Verde-amarelo
<b>Lote 1</b>	5	Boa, presença de fungo casca	Marrom	Verde-amarelo
	6	Média, com fungos na casca	Marrom escuro	Amarelo
<b>Lote 0</b>	7	Boa	Meio verde	Amarelo
	8	Ruim (quebrado)	Verde	Verde
(2ª coleta)	9	Boa	Marrom	Marrom
<b>Lote 0</b>	10	Média	Verde	Verde-amarelo
	11	Boa	Marrom maduro	Amarelo
	12	Boa	Marrom	Amarelo
(3ª coleta)				

Tabela D.2- Classificação dos frutos quanto à aparência, cor do epicarpo e pedúnculo logo após trinta dias de armazenamento (tempo 30).

	Fruto	Aparência	Cor epicarpo	Cor pedúnculo
<b>Lote 0</b>	1	Boa	Marrom claro	Amarelo-marrom
	2	Boa	Marrom claro	Amarelo-verde
	3	Boa	Verde	Amarelo
	4	Boa	Marrom claro	Amarelo-verde
<b>Lote 1</b>	5	Boa	Verde	Amarelo
	6	Boa	Marrom claro	Amarelo-verde
<b>Lote 0</b> (2ª coleta)	7	Média	Marrom	Marrom
	8	Média	Marrom	Amarelo
	9	Média	Amarelo	Amarelo
<b>Lote 0</b> (3ª coleta)	10	Boa	Amarelo	Amarelo-marrom
	11	Média	Amarelo-marrom	Marrom
	12	Boa	Amarelo-verde	Amarelo-verde

## E – Classificação dos morfotipos das bactérias, fungos e leveduras.

Tabela E.1 - Classificação dos morfotipos de fungos.

Morfotipo	Cor	Borda (regular/irregular)	Aspecto (aveludado/cotonoso/ pulverulento)	Reverso (cor)
M1	rosa claro	regular	cotonoso	bege com centro marrom
M2	rosa	regular	aveludado	rosa escuro
M3	salmão	regular	aveludado	bege escuro
M4	verde escuro	regular	cotonoso	verde escuro
M5	branco transparente	irregular	aveludado	branco
M6	borda branca, verde, centro rosa	regular	cotonoso	branco centro rosa claro
M7	borda amarela, branco, centro amarelo	irregular	aveludado	amarelo escuro
M8	branca	regular	aveludado	branco

(continua)

Morfotipo	Cor	Borda (regular/irregular)	Aspecto (aveludado/cotonoso/ pulverulento)	Reverso (cor)
M9	branco com centro bege claro	regular	aveludado	bege claro
M10	branco centro verde	irregular	aveludado	branco centro bege
M11	branco centro verde	regular	aveludado	bege
M12	rosa	regular	cotonoso	branco com centro rosa
M13	branco	regular	cotonoso	branco
M14	borda laranja, bege, centro verde escuro	regular	aveludado/pulverulen to	laranja centro bege
M15	laranja	regular	aveludado	laranja
M16	verde escuro	irregular	pulverulento	branco
M17	branco	regular	cotonoso	verde
M18	verde escuro	irregular	aveludado	verde
M19	borda amarela, centro verde escuro	irregular	cotonoso	amarelo centro verde
M20	amarelo	regular	aveludado	amarelo
M21	roxo	regular	cotonoso	roxo escuro
M22	verde	irregular	aveludado	branco centro verde
M23	amarelo claro	irregular	cotonoso	amarelo
M24	branco, rosa com centro amarelo verde escuro, branco,	irregular	aveludado	branco, amarelo, centro rosa
M25	borda branco transparente	irregular	pulverulento	branco centro bege
M26	verde escuro	regular	pulverulento	verde escuro
M27	amarelo claro	regular	cotonoso	laranja
M28	amarelo claro, centro branco	regular	cotonoso	amarelo claro
M29	verde escuro	regular	aveludado	verde escuro
M30	branco	irregular	cotonoso	rosa claro
M31	verde centro branco	regular	aveludado	branco
M32	branco, verde, centro amarelo	regular	aveludado	branco centro amarelo
M33	branco com centro amarelo	regular	aveludado	branco centro amarelo claro
M34	branco com hifas verde	irregular	pulverulento	branco

(continua)

Morfotipo	Cor	Borda (regular/irregular)	Aspecto (aveludado/cotonoso/ pulverulento)	Reverso (cor)
M35	branco, verde, centro branco	regular	cotonoso	branco, verde, centro branco
M36	borda branco, centro verde	regular	aveludado	branco centro verde
M37	borda verde, centro verde amarelado	regular	aveludado	branco centro verde
M38	laranja escuro com raios	irregular	aveludado	laranja
M39	cinza	irregular	aveludado	cinza esverdeado
M40	verde centro branco	irregular	cotonoso	branco e verde
M41	vermelha	regular	aveludado	vermelha
M42	-	-	-	-
M43	branca	irregular	cotonoso	branco centro marrom
M44	verde	irregular	cotonoso	verde claro
M45	branco centro verde claro	irregular	cotonoso	branco cetro verde
M46	verde	irregular	cotonoso	branco
M47	branco	regular	cotonoso	branco centro bege
M48	branco com 1 ponto verde no centro	regular	aveludado	branco
M49	branco	regular	cotonoso	branco centro verde escuro
M50	bege	regular	aveludado	bege
M51	bege transparente	irregular	aveludado	borda verde centro bege transparente
M52	verde claro	regular	aveludado	bege
M53	branco	regular	cotonoso	laranja
M54	branco	regular	aveludado	amarelo claro com ponto verde
M55	borda preta centro verde	regular	aveludado	verde
M56	verde claro	regular	cotonoso	borda verde claro, centro branco
M57	cinza, preto, cinza, centro branco	regular	aveludado	borda verde, centro branco
M58	verde	regular	aveludado com ondas	verde escuro

Tabela E.2 - Classificação dos morfotipos de bactérias.

Morfotipo	Cor	Brilho (opaca/brilhante)	Borda (regular/irregular)	Aspecto (liso/rugoso)
M1	branco transparente	brilhante	regular	liso
M2	branco transparente	brilhante	irregular	liso
M3	amarelo escuro	brilhante	regular	liso
M4	branco	opaca	regular	liso
M5	salmão	brilhante	regular	liso
M6	branco	brilhante	regular	liso
M7	branco	opaca	irregular	lisa
M8	amarelo claro	opaca	regular	lisa
M9	amarelo escuro	brilhante	regular	liso
M10	branco com centro amarelo	brilhante	irregular	liso
M11	branco com centro transparente	brilhante	regular	liso
M12	amarelo claro	brilhante	regular	liso
M13	bege transparente	brilhante	irregular	liso
M14	bege	brilhante	irregular	liso
M15	branco	opaca e brilhante no meio	irregular	liso
M16	laranja	brilhante	regular	liso
M17	salmão claro	brilhante	regular	liso
M18	amarelo fluorescente	brilhante	regular	liso
M19	amarelo claro, centro amarelo escuro	brilhante	regular	liso
M20	branco	opaca	irregular	rugosa
M21	laranja escuro	opaca	regular	rugosa
M22	branco transparente com centro bege	brilhante	regular	liso
M23	amarelo claro	brilhante	regular	liso
M24	bege transparente	brilhante	regular	liso
M25	bege claro transparente	brilhante	regular	liso

Tabela E.3 -Classificação dos morfotipos de leveduras .

Morfotipo	Cor	Brilho (opaca/brilhante)	Borda (regular/irregular)	Aspecto (liso/rugoso)
M1	branco transparente	brilhante	regular	liso
M2	branco leitoso	brilhante	regular	liso
M3	branco	opaca	irregular	rugoso
M4	branca	opaca	irregular	lisa
M5	branca	brilhante	irregular	lisa
M6	rosa claro	brilhante	regular	lisa
M7	branca	brilhante	regular	rugosa
M8	amarelo claro	brilhante	regular	lisa
M9	branco	opaca	regular	rugosa
M10	bege leitoso	brilhante	regular	lisa
M11	bege leitoso	brilhante	irregular	lisa
M12	amarelo claro	brilhante	irregular	lisa
M13	bege transparente	brilhante	regular	lisa
M14	branca com centro laranja	brilhante	regular	lisa
M15	branca com centro bege	brilhante	regular	lisa
M16	laranja	brilhante	regular	lisa
M17	branca transparente	brilhante	irregular	lisa
M18	branca transparente com centro bege	brilhante	irregular	lisa
M19	branco transparente com centro branco	brilhante	irregular	lisa
M20	bege claro	brilhante	irregular	lisa
M21	borda transparente centro bege	brilhante	regular	lisa
M22	amarelo claro	opaca	regular	lisa
M23	branca com centro bege	brilhante	irregular	lisa
M24	branca com centro bege claro	brilhante	irregular	lisa
M25	amarelo claro centro amarelo escuro	brilhante	irregular	lisa
M26	verde escuro borda branca transparente			

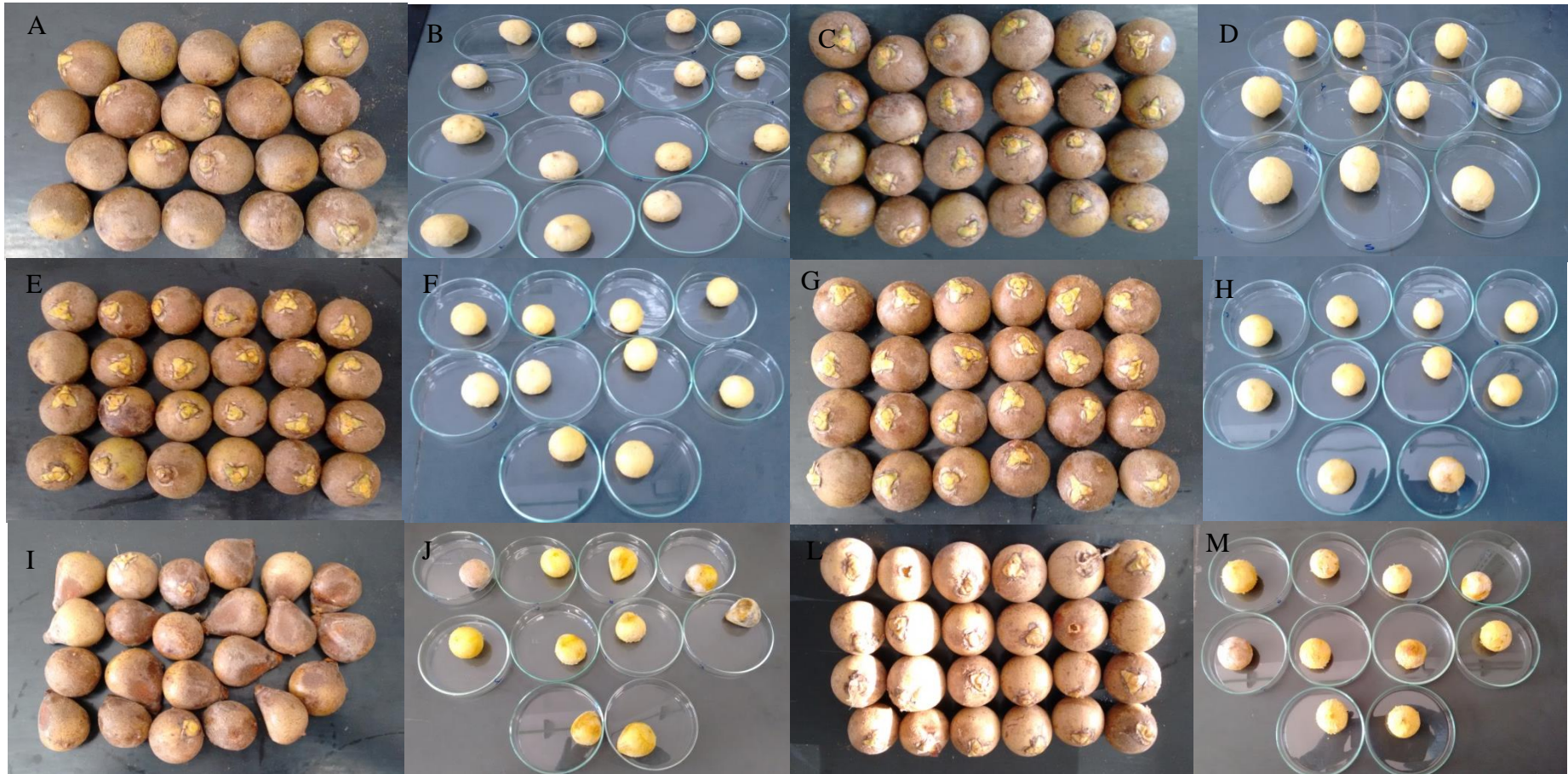
**F - Acompanhamento dos frutos da Macaúba armazenados presos ao cacho**

Figura F - Frutos da macaúba ao longo do armazenamento: (A) e (B) após 1 dia de coleta cacho; (C) e (D) após 5 dias de coleta do cacho; (E) e (F) após 12 dias de coleta do cacho; (G) e (H) após 15 dias de coleta do cacho; (I) e (J) após 26 dias de coleta do cacho; (L) e (M) após 36 dias de coleta de cacho.

### G - Carotenoides totais no óleo após a clarificação

Tabela G.1 - Carotenóides totais (mg/kg) no óleo clarificado utilizando adsorvente comercial B80.

Ensaio	X <sub>1</sub> (T °C)	X <sub>2</sub> (% Ads)	Carotenoides Totais (mg/kg)
1	-1 (80)	-1 (2)	17,35 ± 0,05
2	+ 1 (100)	-1 (2)	9,73 ± 0,02
3	-1 (80)	+1 (10)	8,49 ± 0,23
4	+ 1 (100)	+1 (10)	8,10 ± 0,12
5	-1,41 (75,9)	0 (6)	6,31 ± 0,33
6	+1,41 (104,1)	0 (6)	6,10 ± 0,07
7	0 (90)	-1,41 (0,36)	29,25 ± 0,30
8	0 (90)	+1,41 (11,64)	10,25 ± 0,09
9	0 (90)	0 (6)	5,71 ± 0,19
10	0 (90)	0 (6)	5,66 ± 0,20
11	0 (90)	0 (6)	5,56 ± 0,12

Tabela G.2 - Carotenóides totais (mg/kg) no óleo clarificado utilizando uma mistura de adsorvente comercial B80 e carvão ativado do endocarpo da Macaúba.

Ensaio	% CA	Tipo de carvão ativado	Carotenoides Totais (mg/kg)
12	100	Pulverizado	33,04 ± 0,53
13	50	Pulverizado	4,14 ± 0,11
14	10	Pulverizado	2,08 ± 0,10
15	5	Pulverizado	1,86 ± 0,10
16	50	Granulado	3,49 ± 0,19
17	10	Granulado	2,14 ± 0,02
18	5	Granulado	2,49 ± 0,0001

## H - Quadro resumo da análise de variância - ANOVA

Tabela H - Resumos da análise de variância.

Fonte de variação	Soma de quadrados SQ	Número de graus de liberdade GL	Quadrados Médios QM	F calculado
Regressão	$\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2$	p-1	$\frac{SQ_{regressão}}{(p - 1)}$	$\frac{QM_{regressão}}{QM_{resíduos}}$
Resíduos	$\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2$	n-p	$\frac{SQ_{resíduos}}{(n - p)}$	
Total	$\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$	n-1		

$y_i$  = valor experimental observado na variável resposta ou variável dependente, em função do nível  $i$  da variável independente;  $\hat{y}_i$  = valor estimado ou previsto através do modelo ajustado;  $\bar{y}$  = média global;  $n$  = número de ensaios total;  $p$  = parâmetros do modelo.

## **I - Artigos publicados e aceitos para publicação**

### **I.1 Characteristics of pulp and oil from Macauba (*Acrocomia aculeata*) after different post-harvest treatments and storage**

**Revista:** International Journal of Environmental & Agriculture Research (IJOEAR); ISSN: 2454-1850; Vol-2, Issue-3, March- 2016.

**Abstract:** The Macauba Palm fruits (*Acrocomia aculeata*) can be a promising source of vegetable oil for food purposes, cosmetics and energy, due to the high productivity and by generate two types of oils. However, the main problem is associated with the rapid deterioration of the fruit and the pulp oil acidification. Thus the preservation of fruit quality requires the development and application of appropriate techniques that must start in the harvest, go through post-harvest treatment, storage, preparation and ends in the extraction of its oils. The objective of this study was to identify post-harvest treatments using simple and inexpensive techniques that promote the preservation of Macauba fruit and pulp oil during 30 days of storage. The results indicate that in order to maintaining the quality of the fruit and its oil the recommendation is to realize the processing in a shorter time after harvest.

**Keywords:** *Acrocomia aculeata*, Macauba pulp oil, post-harvest treatments.

### **I.2 Macauba pulp oil bleaching using commercial adsorbent and activated carbon from endocarp of the own fruit**

**Revista:** Journal of Chemical Engineering and Chemistry – JCEC; ISSN: 2446-9416; Vol. 02 N. 02 (2016) 057–069; doi: <https://doi.org/10.18540/2446941602022016057>.

**Abstract:** Macauba Palm (*Acrocomia aculeata*) is a promising source of vegetable oil with production capacity of up to 5000 kg/ha. The refining process is essential to impurities removal and also to obtain oil with color more appreciated by consumers. Covering a literature failing, the aim of this study was to investigate the Macauba pulp oil refining focusing at bleaching stage by assessing the temperature effect and amount of commercial adsorbent. Further was evaluated the use of activated carbon produced from the endocarp of own Macauba fruit as a partial replacer of bleaching earths. Conventional methods were

employed and results were analyzed considering bleaching capacity, acidity index and phosphorus content. The use of 6% commercial adsorbent at 90 °C led to a bleaching capacity about 84% while the use of a commercial adsorbent mixed with activated carbon resulted in a bleaching capacity superior to 90% and with greater percentage of phospholipids removal.

**Keywords:** oil refining; oil bleaching; *Acrocomia aculeata*; Macauba pulp oil; activated carbon.

### **I.3 Microorganisms in macauba fruits (*Acrocomia aculeata*) after different post-harvest treatments and storage**

**Revista:** Journal of Chemical Engineering and Chemistry – JCEC; ISSN: 2446-9416.

**Abstract:** The Macauba fruits(*Acrocomia aculeata*) may be promising source of vegetable oil for food purposes, cosmetics and energy, due to the high productivity and obtainment of two oil types. However, the main constraint is associated with the rapid deterioration of the fruit, leading to production of oil with high acidity. The acidification process can be caused by microorganisms growing associated with fruits, by high pulp moisture and by the endogenous lipase activity. This study aimed to quantify microorganisms present in the husk and fruit pulp after different post-harvest treatments and after 30 days storage, comparing effectiveness of different conservation treatments by simple and inexpensive techniques. The storage period was determined according to preliminary tests where it was observed that at 30 days of harvest the fruits were already deteriorating. After storage there was a predominance of fungi in pulp and bacteria and yeasts in the husk.

**Keywords:** *Acrocomia aculeata*, Macauba, microorganism; post-harvest conservation.